目　录

小型土法制造硫酸

一、前　言

在党的号召下，为了使硫酸工业在全国各地遍地开花，我厂（上海助剂厂）根据化工部化工設計院日产 240 公斤硫酸（100% H_2SO_4）的定型設計，在上海化工局領导下，并得到上海化工研究院，上海化工医藥設計院的协助，已將土法硫酸投入生产，在生产过程中加以某些修改和补充。土法硫酸設备簡單、制作方便、投資少、收效快、适合农村及山区因地制宜、就地取材、独自建厂、制造硫酸。

二、工艺流程及工厂布置說明（附图）

硫鉄矿运到車間后，应堆放在木棚或蘆蓆棚下，防止雨淋造成矿石中含硫损失，若矿石过于潮湿，会影响焙燒爐的正常操作。

用人工將矿石敲碎成 25～40 毫米大小的块狀，按块矿爐操作时間表（附表）定时定量投入爐內，加以焙燒，出块矿爐的爐气温度較高，經除尘室除尘降温，然后爐气以 350～400 °C进入第一塔，自块矿爐出来的矿渣用人工运出。

爐气中含 SO_2 約 5.5～6.5%，进入第一塔，此塔的主要作用为脫硝、轉化、并有 20% 左右的 SO_2 在此塔內轉化成硫酸，然后气体依次通过第二塔、第三塔、第四塔，絕大部分在以上几塔內轉化成硫酸，出第四塔的 SO_2 已少于 0.3%，SO_2 在生成区各塔內轉化成硫酸时，可以从各塔頂噴淋下来的含硝硫酸中分解出氧化氮气体并依次通过第五塔、第六塔、鼓风机、第七塔，在吸收区內被噴淋下来的含硝硫酸所吸收，廢气中的微量氧化氮經过烟囱排入空中。

块矿炉操作时間表

时	間（时）	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	附註
炉气温度 ℃																										
二氧化硫 %																										
一号炉	加硫鉄矿	加				加				加				加				加				加				
	出矿渣		出				出				出				出				出				出			
	打通条			打				打				打				打				打				打		
	摇炉条				摇				摇				摇				摇				摇				摇	
二号炉	加硫鉄矿	加				加				加				加				加				加				
	出矿渣		出				出				出				出				出				出			
	打通条			打				打				打				打				打				打		
	摇炉条				摇				摇				摇				摇				摇				摇	
三号炉	加硫鉄矿	加				加				加				加				加				加				
	出矿渣		出				出				出				出				出				出			
	打通条			打				打				打				打				打				打		
	摇炉条				摇				摇				摇				摇				摇				摇	
四号炉	加硫鉄矿	加				加				加				加				加				加				
	出矿渣		出				出				出				出				出				出			
	打通条			打				打				打				打				打				打		
	摇炉条				摇				摇				摇				摇				摇				摇	

附注：（1）加——加硫鉄矿，（2）出——出矿渣，（3）打——打通条，（4）摇——摇炉条。

由于七个塔内都装有填料，所以从块矿熥到烟囱整个制酸設备系統的气体运行，是借助于鼓风机来克服系統内阻力的。

第一塔流出的酸，已經脫了硝，其濃度已达75%，經冷却器冷却后，酸的温度降低至40°C以下，一部分作为成品酸，其余一部分提升至第七塔頂加入塔內，供淋洒吸硝之用，第七塔流出酸加入第六塔，第六塔流出酸加入第五塔，第五塔流出酸因含硝較多加入第一塔，第四塔流出酸除供給自身循环外，一部分加入第三塔，第三塔流出酸加入第二塔，第二塔流出酸加入第一塔。

生成硫酸所需要的水，由加水缸用玻璃管根据塔酸濃度高低分別加入第一塔內，系統內損失掉的氧化氮可用土硝与硫酸作用制取的硝酸或直接买来的硝酸，从加硝缸中連續地加入第一塔中。

三、設計能力計算及設备材料选擇

1. 塔： 第一塔容积$\frac{\pi\times D^2}{4}\times h=\frac{3.14\times 0.4^2}{4}\times 3.5=0.44$立方米

第二塔容积$\frac{3.14\times 0.5^2}{4}\times 4=0.785$立方米

第三、四、五、六、七塔之容积与第二塔相同，故塔的总容积（按其外表尺寸計算）应为

$$\left[\left(\frac{3.14\times 0.4^2}{4}\times 3.5\right)+\left(\frac{3.14\times 0.5^2\times 4}{4}\right)\times 6\right]=$$

$$0.44+0.785\times 6=0.44+4.71=5.15\text{立方公尺}$$

每1立方公尺生产100%硫酸45公斤計算，則生产能力应为：

$5.15\times 45=232$公斤硫酸/方立公尺日

公式中　D——塔的直徑（公尺）

h——塔高（公尺）。

2. 块矿爐：

每爐爐床面积为$0.5\times 0.5=0.25$平方公尺，現有四个爐子，故

爐床总面积为0.25×4=1平方公尺，每1平方公尺生产强度按250公斤硫鉄矿(含硫45%)計算，則焙燒含硫30%硫鉄矿时，投矿量应为

$$\frac{250\times45\%}{30\%}=375\text{公斤/平方公尺、日}$$

3. 設备材料选擇:

块矿爐爐堂内爐温較高，需用耐火磚砌築，如材料困难，火磚牆壁改薄，周圍用紅磚或粘土磚镶砌，以便保温，加矿爐口在115公厘以下可用青磚代替，爐条門、出矿渣門，不用鉄板用木板制作即可。塔内填充磁圈在农村不易購到时可就地取材用大块石头或焦炭、破缸碎碗作填料，如用石头应事先放在硫酸里浸泡一星期拿出晾干，观察其被腐蝕程度，再作决定使用与否。

爐气出除尘室气管及第一塔第二塔必需加以保温以防炸裂，最好用稻草繩、石棉泥分别涂以三次，塔身气管应用耐酸陶器。

四、施工与安装方法及应注意問題

在施工及安裝之前，我們作好了充分准备，首先把每个單件的要求及需注意地方向大家談清，并共同討論，然后明确分工，把整个安裝工程分成三个組：(1)泥工組(担任砌爐)(2)木工組(搭平台)(3)叠塔組(叠塔及裝考克、接管子等)，为了爭取时間，把这三項工程同时并进，一方面砌爐及搭平台，另一方面把缸凿洞及破底，使整个工程能迅速进行。

1. 选擇地位、平土、搭工作棚:

选擇地点，环境要空曠，地基要干燥使硫酸不致吸水过多而降低濃度，施工及安裝前的第一步工作是搭蘆蓆工作棚，因为砌爐及叠缸等工程，不能受雨淋，并避免因雨天而停工。平台木板先用水柏油涂好后再用松香柏油涂上，要涂得厚些，不使平台腐蝕，并不致漏酸到下面，加强劳动保护。

2. 砌块矿爐:

先排底脚，地面掘下去30公分，排25公分三和土底脚，一方面凿火磚使成弧形备用（有現成的就不要凿），砌爐好坏的关鍵在于整个爐的尺寸規格，应严格执行。爐身共有四个爐門，采用循环投料，使爐內保持一定爐气量，出爐气管子对徑不能小于15公分，与第一塔的距离应尽可能縮短（約長100～120公分），使爐气到第一塔时湿度不致降低。

3．叠塔：

第一塔：地面先排水泥三和土，上面鋪以三层紅鋼磚，每层用膠合剂膠着，然后用磚头水泥砌成圓形塔身，干燥后內襯三层紅鋼磚，每层之間用膠合剂膠着，高度比爐气管高出60公分，在开始时，我們將这塔的底部亦用耐酸缸，但因湿度太高而破裂返工，在上面再叠缸至一定高度为止。在安裝中爐气入口必須有空隙，使爐气能充分上升，在底层也要有一定空隙，使放酸順利，底层出口要有兩个，下口系起除尘、放尘作用。各塔的上面第一只缸內的填圈高度不能超过出气管，接管处填圈要有空隙，使爐气能順利进出，底层出气管要高放料口10公分，以防止酸的堵塞及爐气管爐气滲出。

塔頂之盖用盆子式缸朝天較适宜，缸中开六个眼直徑2～3公分，插以玻璃管，能使加酸时保持一定液面，盆子式缸上面再用木盖盖上，木盖上涂以过氯乙烯漆，不使腐蝕。

在这項設計中，我們增加了第八塔，即尾气吸收塔上面可淋水或5％碳酸鈉溶液，內部系空塔，使第七塔出来气体入第八塔被水冲淡后再自烟囱逸出，减少气体濃度加强劳动保护。

塔身各缸必須使成直綫，可用水平器测量，各塔的缸大小要相同，每只缸之間的膠合系先用紙柏綫和水玻璃浸沒，然后用膠合剂全部封閉不能有微孔，等膠合剂干后再涂以松香柏油。

第一、二、三塔要进行保溫，每塔身外面先包以石棉綫，然后再涂以石棉，外面再包稻草繩再包以石棉，入口爐气管也要有保溫措施同上。保溫后，一方面防止裂开，一方面保持一定热量。底层爐

气管宜用T字爐气管入口，以便堵塞时檢査。

4. 考克：

考克需用耐酸陶器制成。

要經常加牛油，接口处的膠合剂必須涂得坚牢，考克芯子絕对不能掉錯（我厂正因为掉錯芯子，而漏酸返工半天）。

5. 冷却水池：

用20公分高的水泥、三和土排底脚，周圍用磚及水泥砌成。

6. 鼓风机：

鼓风机的进口管要裝以調节器，使风量可隨时調节。

7. 膠合剂：

膠合剂的配方，用石英粉95克，氟硅酸鈉5克，陶土粉100克，水玻璃（硅酸鈉）根据干濕度調配325克左右。

五、操作方法、要点及事故处理

1. 开工准备工作：

（1）块矿炉：

（一）烘爐前檢查爐子及配具是否完整严密。

（二）將通气烟道封閉，把临时烟道打开（不使气体通进塔）。

（三）在每个爐子的爐柵上放木柴，生火烘爐（最初火不宜太大），繼續烘12～24小时。

（四）停止木柴燃燒，每个爐加入矿渣，矿渣厚度350公厘。如果是新厂开工沒有矿渣，可加入石块或磚块，块子大小应在25～40公厘。然后加入木柴生火，再加入煤或焦炭燃燒至爐壁火磚燃燒紅熱，需时約36～48小时。

（2）生成塔与吸收塔：

（一）每个塔的气体管道及酸缸和塔的接縫处应細心檢査。

（二）每塔用配好的酸进行淋洒，并檢査有无漏酸。

（三）設法以酸进入冷却管內，檢査冷却管縫有无漏酸、水之現

象。

(四)配酸　第一、二、三、四塔用93%的硫酸392公斤，和水81.5公斤，加96%硝酸26公斤，配成含硫酸为77%，硝酸5%，水18%加入第一、二、三、四塔进口酸缸内(共計500公斤)。第五、六、七塔用93%的硫酸135公斤，水22公斤，配成含硫酸80%，水20%，加入第五、六、七塔进口酸缸内。

(五)檢查塔系进口及出口酸管有无漏气(必須以液体密封)。

(六)檢查各塔进口淋酸管之平面是否准确。

(七)准备好第一塔开工中使用硝酸。

(八)鼓风机在使用前要經过試运轉，檢查軸及风叶是否良好，有否漏气，必須做到严密。

(九)分析用碘液、过錳酸鉀液、淀粉液、滴定管、滴定架、移液管、燒杯、氮素計、韓氏吸收球或孟氏洗气瓶、三口瓶、測量用的比重計、温度計、压力計等。温度計、压力計均安裝在管道上。

(十)檢查提酸設备运轉是否良好安全。

2. 开車操作:

(1)块矿炉开工:

(一)在紅热的块矿爐内投入硫鉄矿，在最初投矿不宜太多，每个爐門加10公斤(第一次加矿40公斤)。

(二)打开通入第一塔气管道，密閉临时烟道。

(三)隔1小时1号爐投矿15公斤，隔2小时，3号爐投矿15公斤，隔3小时2号爐投矿15公斤，隔4小时4号爐投矿15公斤，然后每隔1小时依次交叉每个爐門投矿15公斤，24小时共投矿360公斤。

(四)加矿石、打通条，搖爐条后，必須密閉工作門、出灰門、根据爐子燃燒，风向等具体情况进行調节，必要时也应密閉。

(2)塔系統开工:

(一)先密閉临时烟道开始运轉鼓风机。

(二)在爐气未通入第一塔前，开始將塔上1号加酸缸的酸淋洒进塔，淋洒量每10秒鐘260毫升。

(三)在爐气进入第一塔时，从第二至第七塔之頂加酸缸的酸淋洒进第一塔頂，同时进行补給硝酸，硝酸用量約每小时1公斤左右，第二至第七塔硫酸淋洒量每10秒鐘400毫升。

(四)各塔酸循环方法見后面塔系統操作規程。开始时第一至第七塔酸进行自身循环。

(五)当塔酸开始串連或交叉循环时，第一塔出口酸須經过冷却至40°C以下才能进入吸收系統。

(六)当塔酸自身循环2小时后，开始进行含硝量測定，第四塔硫出酸含硝量在2%左右时，可按正常操作循环，一般在开工后6～8小时就可改为正常循环。

(七)第一、二塔流出酸含量超过76%时，塔上可加水，但应維持流出酸含量在76%。如果有稀硫酸，最好加稀酸。

3、正常操作运轉时各工序操作要点：

(1)块矿炉操作要点：

(一)加矿时，出灰口（风門全閉）經过30分鐘根据爐內燃燒情况，調节风門，再經过1小时40分鐘，打通条，然后出灰(风門稍閉)，再經过1小时30分鐘，搖爐条落矿渣（风門全閉），再經过20分鐘加矿（风門全閉）。

(二)加矿后30分鐘，爐內燃燒应发出藍色火苗，火苗漸扩大有橙紅色存在，又以橙紅色火苗中間夾杂藍色发展到火紅顏色，火焰很旺。慢慢降到暗紅色。

(三)应保持每个爐內矿层厚度，不低于加矿口位置。

(四)以上每次操作时調节风門，应按照风向具体情况灵活应用。

(五)必須严格执行，依次按时操作。

(六)經常檢查爐气出口温度，发現有显著下降时，应及时找出原因，保証爐子正常燃燒。

（2）塔系統操作要点：

（一）第一至第七塔循环酸流量必須按照塔系統操作規程执行。

（二）負責塔上操作工作人員，应經常檢查塔上酸缸内存酸，应做到保証不断酸。如遇断酸，应当作为生产事故处理（因断酸对生产設备上帶来后果太大，因此必須严格执行，以保証正常生产）。

（三）第一、二塔出口酸温度如超过40°C，必須經过冷却至40°C以下，才能送入吸收区淋洒。

（四）如遇吸收区出口酸含硝量不达到指标要求送入生成区时，应在第一塔頂上多补充硝酸（以防止气体后移造成生产不正常）。

（五）經常檢查鼓风机，应保証鼓风机正常运轉。

4．块矿爐及塔系統操作規程：

（1）块矿炉操作規程：

（一）每小时一个爐内加矿15公斤，每4小时一个爐子加矿一次，打通条一次，搖爐條一次，出灰一次（加矿加法見块矿爐操作时間表）。

（二）每小时檢查爐气温度一次，填在原始記录表内。

（三）經常从爐門上視孔（小眼孔）观察爐内燃燒情况是否良好。

（四）遇到大风时注意保持爐温正常，并应調节风門。

（五）加矿时要加得平，靠牆处可略高，因通风較暢。

（六）块矿中尽力避免帶入粉矿，以免通风不暢，造成結块現象。

（七）出矿渣时从顏色表面和用手試其輕重及裂紋程度，可以看出矿石是否燒透，必要时用鉄錘敲开，看其中部是否有夾心現象。

（2）塔系統操作規程：

（一）每小时应檢查每塔出口酸的比重、温度。

（二）每小时应檢查每塔进口酸的比重、温度。

（三）經常檢查各塔頂加酸缸是否正常流酸，不要有断流現象发生。

（四）經常檢查补充硝酸的加入量够不够，有无堵塞。

（五）根据各塔流出酸的濃度，調节加水量。如濃度过低，可不加水。

（六）第一塔气体进出口温度，应按时检查，根据温度高低調节淋洒酸流量及加硝、供水量。

（七）各塔气管上安裝的压力計、温度計应經常檢查記录。

（八）要檢查鼓风机运轉情况，是否正常，根据爐子燃燒情况可以調节閘門。

（九）按时分析塔酸內含硝量，判斷脫硝及用硝如何。

（十）按时檢查第一塔出口酸温度，經冷却后，是否在40°C以下，否則檢查冷却設备。

（十一）按时檢查爐气及廢气中 SO_2 含量是否合乎指标。

（十二）冷却池的水，如温度升高应补充冷水进去，增加冷却效率。

（十三）經常檢查气管、酸管，是否有漏气、漏酸現象。

5．故障处理：

（1）块矿炉的故障处理：

（一）爐內結块：由于爐温过高，使矿燒結成块。应打开爐門，同时进行打通条。如果是因为进入爐內的空气过少，爐气中二氧化硫濃度太高，爐温升高而发生燒結現象的話，那就可以在打通条后，調节风門。

（二）爐子燃燒不好，二氧化硫濃度很低，爐內呈暗紅色，首先檢查是否矿石品位不好，或爐膛太高，矿层太薄，空气孔开得太大，鼓风机轉速太快等現象造成空气量过多，爐温不高，燃燒不旺。如果是这些原因，可以加以調整。

（三）矿爐加矿口外冒烟：

爐膛是否太低，从爐子出口至第一再至第七塔，塔身各气道管有否堵塞現象，或鼓风机风压风量不够，塔各进出口，接縫处漏气（需进行詳細檢查）。

(四)硫酸升华现象，在爐門口或出口酸浮面发現有硫磺存在时，原因是爐温太低，塔系統堵塞。

(五)爐气进塔温度太低：一般情况都是除尘室太大，其次是矿石品質低，爐气濃度不高，可在除尘室至进塔气道的墙全部加厚。

(六)进塔气道陶管爆裂，一般在500°C以下能使用，如遇有这种现象，是气道管保温层太薄。

(2)塔部份的故障处理：

(一)二氧化硫轉化不好，尾气二氧化硫高。可檢查下列情况进行处理。

Ⅰ　事先塔頂淋洒酸是否停过，第一、二、三塔淋洒酸含硝量是否降低。如果如是，則在一塔上多加硝酸。

Ⅱ　生成区淋洒酸濃度是否太高。如果如是，則在第一塔上加水或加稀酸。

Ⅲ　爐气进口温度是否过低，应設法提高爐气温度。

Ⅳ　第一、二、三塔淋洒量是否太小。

Ⅴ　塔上的淋洒管堵塞或分布不均。

(二)塔流出酸濃度低于75%，甚至数天沒有加水，濃度提不上或下降。

Ⅰ　爐气中二氧化硫低，不能在液相中起反应。

Ⅱ　空气中矿石中帶入大量水份进酸（爐子与塔系之热量不平均）。

(三)生成区淋洒酸脫硝不好：

Ⅰ　爐气温度不高。

Ⅱ　生成区淋洒量太大。

Ⅲ　生成区淋洒酸濃度过高。

(四)尾气管冒黄烟：正常狀态，略帶淡黄色。不正常狀态冒棕黄色。原因是：

Ⅰ　吸收区淋洒酸濃度不高或温度太高，淋洒量太小，不均匀

等。

II 由于二氧化硫气体濃，量大，生成区不能完全轉化，气体进入吸收区进行生成，引起脱硝。

（五）如遇塔系統堵塞，爐气抽不过来，应停車清洗，除第一、二塔用稀酸清洗外，其他可用水循环清洗。

六、安全操作与劳动保护

1. 碎矿：

（1）敲矿时应戴防护鏡，防止矿粒及粉尘进入眼内，以免打在手指上。

（2）用小鄉头敲矿时要戴好手套，注意力集中。

2. 焚矿：

（1）加矿时要戴好手套，再开爐門，防止烫手。

（2）操作时戴上口罩，防止二氧化硫气体被吸入肺部。

（3）打通条后，热的一头不要用手去摸，应放在地上。

（4）从爐門視孔上观察爐內燃燒情况时，当心鼻子碰到爐門上，燙坏鼻子。

3. 制酸：

（1）操作平台上倒酸入缸时，平台下不要站人。

（2）开关考克，調节流量，必需戴上橡膠手套。

（3）碰到加酸管考克阻塞时，旋扭考克用力不要过猛，当心考克心子拔出来，漏酸更大。

（4）操作平台上应放置一只小水缸，手和脸如果碰到酸卽时冲洗，缸內水应每天換一次。

（5）量各塔出口酸时，当心足踏在酸缸里边去。

（6）儲酸缸与加酸缸用木板蓋起来。

（7）檢查冷却設备时，不要把玻璃管碰破，并注意接头地方。

（8）地面上放一只水缸，遇到酸时卽刻冲洗。

4. 提酸:

（1）取酸、提酸、倒酸时要穿橡膠褲或圍橡膠圍裙，戴橡膠手套、穿長統鞋。

（2）扛酸时把酸罎放在淺底木箱里抬上去，不要夾着罎口走，防止斷裂。

（3）扛酸鉄夾要用鉄絲或圓鉄吊起来，不要用蔴繩。

（4）上扶梯时要注意滑倒。

（5）取酸时不要把酸洒出来，以免燙坏衣褲；腐蝕地面，造成塔的基础不稳下沉，損失很大。

5. 包裝:

（1）放出的成品酸应即时用石膏封口，以免吸收水份，降低濃度。

（2）搬运时穿好橡膠圍裙和長統鞋。

（3）地面很滑，防止跌倒。

七、目前存在的問題及改进意見

1. 在塔的系統內，气流方向在第二塔、第四塔、第六塔內，是与淋洒酸的方向并流的，这样就造成生酸和收硝效率較低，今后应改为气体与液体成逆方向进行接触較为妥当。

2. 廢气中氧化氮气体放散于空中，对于工业卫生及农作物是有害的，現已附加一座尾气回收塔，准备进行吸收。

3. 正常生产后，人力提酸供給不上淋洒之用，影响循环酸量，拟改用絞車提酸，解决劳动力不足的問題。

4. 填充磁圈从塔底填起，影响气体流速，增加阻力，应改为从气管以上开始鋪砌。

5. 塔底流出酸口用小广口瓶液封，不够理想，应改为U型管式。

6. 塔頂加酸分布器应使水平溢流下去，并加罩蓋。

八、关于土法硫酸几个問題説明

一、設备与安装

1. 块矿炉

上海助剂厂的块矿爐从爐条到加矿爐門口，高度(即矿层深度)，原为215公厘。每兩只并排爐子，有其通法圈(拱形顶)一只。爐气出口是靠隔牆从側面而出，由于矿层深度不够，进入的冷空气，就不能得到充分的預热，并且容易使硫鉄矿在爐膛内熔燒时，发生散热現象，造成燃燒不良，不是硫磺升华，就是爐子熄灭。拆除后改建为矿层深度为450毫米，每只爐顶增加115×60，火眼四只，小法圈一只，即由一套法圈，改为兩套法圈，这样作使硫鉄矿在高温下，分解而脫出气态，硫有足够的燃燒，体积生成的二氧化硫气体，也能均匀的上升，通过火眼进入，除尘室在兩套法圈中間，不但使气体流速均衡，且有降温作用。为了使硫鉄矿燃燒的更完全在爐内不結块，这次在爐条到加矿口，增加一只通条門，按时打通条，疏通砂层使矿渣殘硫降低。如发現結块即可敲碎。原来的五根菱形鑄鉄爐条，在操作时不易控制，搖掉的矿渣最使其均匀，下落有凹凸不平現象，現已改为三根方的，兩根圓的，相間排列，沒有塌爐危險，爐膛温度初步測定在710°C以上。

2. 除尘室

該厂原有兩个除尘室，每个室的容积(内部尺寸)为1350×600×1750公厘，这么大的兩个除尘室对投矿量来講，很不相宜，对爐气温度有急驟下降的傾向，造成第一塔进口气体温度不能达到300°C的要求，不无影响。拆除后，改为一个除尘室，把第二除尘室改为热烟道，以后可安裝硝石鍋利用热气在鍋内加土硝和硫酸制造硝酸，不需要另买硝酸来补給氧化氮的損失。經过块矿爐和除尘室的改建，目前爐子燃燒情况很好，不冒黃烟，也不使人喉癢咳嗆而且第一塔进口爐气温度經常保持380°C左右，爐气中二氧化硫在

5.5～6.5%。改建后的块矿爐及除尘室的尺寸請参閱附图。

3. 填料塔

該厂原来七塔中第三塔和第七塔的塔徑都不够500公厘，整个塔系的塔体大小不一，气体通过各塔横截面的流速也就不同。塔的高度在3000～3200公厘之間。根据計算塔的反应，容积不够，因此把第二至第七塔的高度一律增加为4公尺，把第三和第七塔拆掉改为塔徑500公厘，第一塔地脚升高500公厘高度改为3500公厘，塔系总容积共有5.15立方公尺，生产能力按每一立方公尺45公斤，硫酸計算适合日产240公斤(100% H_2SO_4)的要求。

第一塔气体管道提高500公厘后有利于爐气顺利通过，使第一塔充分发揮生酸脫硝蒸濃的作用，出口酸温度达到100～110°C，濃度58～59°Bé。

七塔系中第四塔多为中空。氧化塔使生成塔出来的NO和NO_2在等分子狀态下进行吸收，但需要安裝支路管子及閘門，才能調节得适当NO和NO_2，还要經常測定，便于掌握。根据現場操作来看，及塔容积的計算已把第四塔改为填充塔。投矿石量增加时，为了达到高强度生产目的，可作为生成塔，无需另建他塔。填充层过去是填滿到塔頂，超过頂部气体出口管以上，阻力大，容易产生气凝硫，現將填充层裝在气体出口管以下，克服了頂部堵塞現象。填充圈为50×50×5公厘。塔底部用直徑120公厘的小缽头，使气体易于通过。

4. 冷却設备

該厂原有冷却設备是用內徑20公厘的玻璃管成列管式平舖在冷却水池內，不但占地面积大，还要用水泥青磚砌池，玻璃垂管接头地方常有堵塞漏現象，阻力大，酸的流速也比較慢，檢修頻繁影响正常循环，現改为套缸冷却器共三节，每节有小缸一只，盛酸外面套大水缸一只，冷却后依次溢流至第二节、第三节，小套缸內繼續冷却，最后酸的温度在40°C左右，(大大簡化了冷却設备操作簡單方

便。

5. 噴淋設备

該厂的噴淋設备是用一块鉛制篩板放在塔内塡充层上，加入的淋洒酸流到篩板面上，讓其自动分别，由各孔眼淋洒下去，經檢査各小孔堵塞严重，安置不够水平，因而淋洒酸不均匀，現在改为塔頂上放一只陶缸按正六边形，每角上装一根4～5公厘的玻璃管，共裝六根，每管上蓋有小广口瓶加以酸封，以防淋洒酸量中有小空气被吸入，这样使淋洒酸均匀地分布下去与气体充分接触，还节約九十公斤的青鉛板。

6. 鼓风机

該厂的陶瓷鼓风机是从前遺留下来的設备，风压35公厘水柱风量，每分鐘以7立方米空气，这样的規格足够了，根据中利化工厂使用的木制鼓风机，在沒有电源的情况下用脚踏車帶动是可以的，使用期限約一个月。

7. 安装中的胶合剂

塔式硫酸工厂气体运行与液体輸送都是借导管运輸的，因此管路多，接头相应地增加，耐酸膠泥的配料及使用在連接的地方起了决定性作用，往往因漏气与漏酸造成工作上繁忙現象，甚至影响生产，但信一化工厂所用的輝綠岩、石棉絨、陶土粉、水玻璃在施工过程中是比較好的，很少发現漏酸漏气現象。

二、技术操作

1. 块矿炉：硫鉄矿用人工敲碎至25～40公厘，过小易于堵塞，过大不易燒透，按块矿爐操作时間表，每小时加一只爐子，投矿量15公斤，四只爐子日夜加360公斤，爐气进第一塔口温度380°C左右，二氧化硫在5.5～6.5%之間通风量，根据爐子燃燒情况調节风門，一般是剛加矿的爐子，由于加矿时爐門打开已帶入大量冷空气，故风門关小甚至全閉。投矿时要加的均匀，靠牆处可略高，那里温度高，燃燒速度快，打通条分左中右三下，过多易使未燃燒

完的矿翻下去矿渣含硫增高，过少疏通不匀影响通风，摇爐条只許轉动三根方爐条，圓爐条无需动。

2．制酸：应按时檢查各塔进口酸与出口酸的濃度和温度有不正常現象，要即时加以調整爐气与廢气，其中二氧化硫也要分析，各塔酸的含硝度要經常測定，以便补給加硝量，第一塔流出酸的温度，經套缸或其他冷却器冷却后，在40°C以下，再加入第七塔进行吸硝，如果酸温升高对吸硝是不利的，根据实际操作，除第二、三、四塔酸濃度略低外，其他各塔酸应保持57～59°Bé（按15°C計），第二、三、四塔酸濃度升不高，可能是气体温度低及塔身保温較差，以及气液并流接触机会少，还有一点从一塔过来的水蒸汽被冷凝把酸冲淡了，若得54～55°Bé酸还是满意的。送入一塔也可蒸濃。

3．淋洒酸：塔式系統生酸反应主要在液相中进行，因而要足够的淋洒酸量才能得到滿意的結果，第二至第七塔每塔的流量保持在每10秒鐘400毫升，也就是說每小时每平方公尺横塔面积的淋洒密度为0.735立方公尺，一塔每10秒量为260毫升，但淋洒密度与其他各塔还是一样的，按照上面流量計算，每天24小时循环量需要23立方公尺，平均比重以1.6克/立方公分算，共重37吨，每班8小时負責运輸12吨多。

4．提酸：目前每班有六人專門提酸供淋洒用，若完成12吨酸每坛40公斤計約需打300坛，平均兩分鐘抬一坛多，打酸上去，劳动强度很大，若改小流量必然影响生酸产量，这是造成采酸率低的主要原因。遇到断流，二氧化硫逃散那就不堪設想，所以急需改进提酸方法，否则每天生产的七坛硫酸有一坛被取来用去損失掉了。

5．加硝与水：在生产系統里硝的主要来源依靠循环酸供給，廢气中氧化氮的损失及成品酸帶走的硝量，由加入硝酸补充操作失当硝酸消耗量必然增多，每日消耗量12～18公斤，至于加水問題应根据塔酸濃度增高情况而定，因为矿石中及空气中帶入大量水份，而且上下十四只貯酸缸暴露在空中吸水分，所以說加水要少，甚至

有一时期不需要加水。

6．通风量：鼓风机进口管装有活动閘門，应根据廢气中含氧的多寡，以及爐子燃燒情况来調节，一般要求廢气中含氧5%左右。若各塔气体連接管上裝有U型压力計調整可做为参考，以便分析判断各塔的阻力。

三、存在問題及处理意見

1．淋洒酸量不够用，人工抬酸不是办法，大大影响产量，今后应考虑吊車提酸或用木制酸泵进行送酸工作，上海化工研究院曾做木制泵一只在中利化工厂試驗用脚踏車帶动水的揚程达5～6公尺，应請有关部門协作进行揚酸試驗。若用馬达帶动可以滿足硫酸輸送的需要，而且减少劳动强度。

2．陶瓷鼓风机不易購得，应采用木制鼓风机用脚踏車帶动即可。

3．块矿爐需用的耐火磚已由1600块，减少到600块，以至400块，根据我們实际測定爐膛温度曾达710°C以后，考虑用机紅磚代替火磚。

4．七塔系統中第二塔、第四塔、第六塔气液是并流的，应改为气液逆流增加接触，表面提高生产强度。

5．根据爐子設計能力及焙燒情况来看，只要操作技术熟練，严格控制操作条件，进行高强度生产，在現有基础上提高产量25%是有可能的。

6．进塔分酸器安裝不够水平，六根玻璃分酸管个別管子沒有酸流下去，安裝时要求一定水平，使酸液均匀淋洒。

7．各塔流出酸管用小广口瓶液封，容易脫落，应改为U型管式。

8．塔底气管以下填充层用小鉢头，耐腐蝕性差，含鉄質影响酸的質量，最好用耐酸空心磚舖底。

9．耐酸膠泥在配料与使用方法上有問題，造成漏酸漏气現象，

特别严重，第一塔出酸管接口处膠合的不好，被迫停車引为教訓，今后安裝与施工要格外注意，石英粉粒粗，需篩过，接縫时必須用石棉繩蘸水玻璃先墊一圈再涂耐酸膠泥。

10．廢气中帶走的微量氧化氮影响工业卫生与农作物，应用稀碱液或石灰水进行尾气回收。

11．现在生产75%H_2SO_4只能供一般应用，要考虑土法提濃，試制93%硫酸满足市場需要。

12．土法塔硫虽已投入生产，但操作不够熟練，应經常召开技术交流会，互相取長补短，并考虑培訓工作，以便提高业务水平及推广工作。

九、土法塔式硫酸車間炉气SO_2尾气SO_2及含硝測定

I　爐气SO_2分析：

爐气二氧化硫及尾气二氧化硫分析方法有如下几种。

1．氮素計法测定：

（1）仪器及藥品准备：100毫升氮素計壹支，250毫升吸收球壹只，下口瓶壹只，鐵架壹付。

I_2純碘及碘化鉀(KI)配制成吸收溶液，其配法如下：約称純碘20～25克，碘化鉀25～30克，以水稀释至250毫升

（2）操作方法：以爐气出口橡皮管与氮素計进气口相連接以盛有水的下口瓶来回吸气及排气，以达到洗清氮素計管內空气，然后准确取气体至100毫升刻度，再以氮素計和吸收球相接連，吸收3～4次，把吸收球气体压回取样管內，以下口瓶准确量取其体积差，其得数就是二氧化硫%。

2．阿塞特气体分析器測定：其吸收溶液和操作手續与氮素計方法測定相同。

3．排水法测定：

（1）仪器及药品准备1000毫升三口瓶或細口瓶壹只，1000毫升量筒壹只，孟氏洗气瓶壹只。

吸收溶液配法如下：

15～20克碘化鉀溶于20～30毫升水中，加入精确127克碘，溶解后稀釋到1000毫升即可（即1/10当量濃度碘液）。

（2）操作方法：先以爐气出口橡皮管与排水瓶相連接，排水瓶出口放水吸气，以达到洗清管道内及排水瓶内空气，迅速以孟氏洗气瓶（盛有1/10碘液10毫升，淀粉3毫升，水50毫升）与爐气出口及排水瓶相連接，然后从虹吸管，放水入量筒，当发現吸收瓶内藍色將要消失时，立刻关閉出水管夾子，輕輕搖动吸收瓶至藍色全部消失为止，讀取量筒中排出水毫升数。查附表即可算出二氧化硫的濃度。

II 硫酸含硝量測定

1．測定溶液配制

精确称取高錳酸鉀3.2克，入500毫升燒杯內加水100毫升溶解后，在电爐加热至沸騰1小时，然后稀釋至1000毫升（1/10当量濃度）。

2．操作手續

取1/10当量(N)高錳酸鉀溶液10毫升入燒杯內，以50毫升滴定。管內盛硫酸緩緩滴入燒杯內至高錳酸鉀顏色消失时关閉考克，讀取硫酸消耗毫升数(V)。

其計算方法：

$$\frac{V \times N \times 0.023}{H_2SO_4\text{比重} \times H_2SO_4\text{毫升数}} \times 100 = N_2O_3\%$$

資料来源：上海助剂厂

附表：二氧化硫濃度测定对照表

（10毫升1/10当量濃度的碘液，攝氏零度，1大气压）

二氧化硫百分比	流出水量毫升数	二氧化硫百分比	流出水量毫升数	二氧化硫百分比	流出水量毫升数	二氧化硫百分比	流出水量毫升数
0.1	11,173	3.0	362	5.9	178	8.8	116
0.2	5,581	3.1	350	6.0	175	8.9	114
0.3	3,717	3.2	338	6.1	172	9.0	113
0.4	2,785	3.3	328	6.2	169	9.1	112
0.5	2,226	3.4	318	6.3	166	9.2	110
0.6	1,853	3.5	308	6.4	164	9.3	109
0.7	1,587	3.6	299	6.5	161	9.4	108
0.8	1,387	3.7	291	6.6	158	9.5	107
0.9	1,231	3.8	283	6.7	156	9.6	105
1.0	1,107	3.9	276	6.8	153	9.7	104
1.1	1,006	4.0	268	6.9	151	9.8	103
1.2	921	4.1	262	7.0	149	9.9	102
1.3	849	4.2	255	7.1	146	10.0	101
1.4	788	4.3	249	7.2	144	10.1	99.5
1.5	734	4.4	243	7.3	142	10.2	98.5
1.6	688	4.5	237	7.4	140	10.3	97.4
1.7	647	4.6	232	7.5	138	10.4	96.4
1.8	610	4.7	227	7.6	136	10.5	95.4
1.9	577	4.8	222	7.7	134	10.6	94.3
2.0	548	4.9	217	7.8	132	10.7	93.3
2.1	521	5.0	212	7.9	130	10.8	92.3
2.2	497	5.1	208	8.0	129	10.9	91.4
2.3	475	5.2	204	8.1	127	11.0	90.5
2.4	455	5.3	200	8.2	125	11.1	89.6
2.5	436	5.4	196	8.3	124	11.2	88.7
2.6	419	5.5	192	8.4	122	11.3	87.8
2.7	403	5.6	189	8.5	120	11.4	86.9
2.8	388	5.7	185	8.6	119	11.5	86.1
2.9	374	5.8	182	8.7	117	11.6	85.2

注：（1）氮素計方法测定二氧化硫濃度在操作仪器方面較簡單方便，但如不注意操作易造成漏气，测定結果有高低。

（2）用阿塞特气体分析器方法测定二氧化硫濃度，在操作上也較方便，准确度較好，但仪器价格較贵。

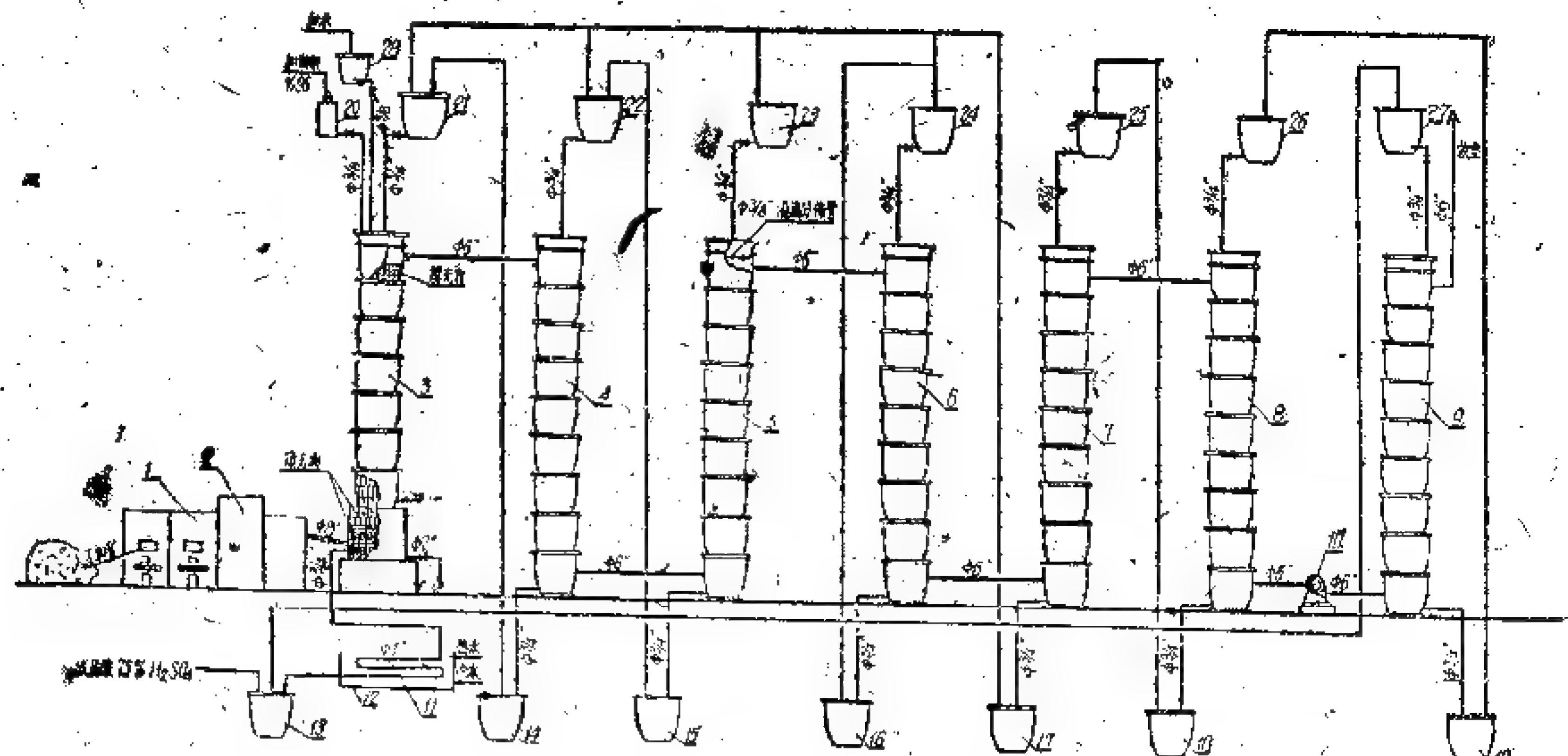
（3）排水法测定二氧化硫濃度，在操作上配制吸收溶液方面較复杂；也易造成誤差。各單位可根据本厂条件选擇使用。

十、主要設备一覽表

序号	設备名称	規格	單位	数量	材料	备注
1	焙矿爐	外形尺寸：長×寬×高(公厘)=1980×2050×2600 內分四个燃燒爐，每个爐床面积为 500×500 (公厘)=0.25平方公尺	座	1	耐火磚、紅磚、青磚等	
2	除尘室	外形尺寸：長×寬×高(公厘)=830×2050×3000	座	1	青磚	
3	第一塔	塔徑 400 公厘，高4000公厘用耐酸陶缸重叠而成，內放填料。	台	1	耐酸陶料	
4	第二塔及三、四、五、六、七塔	塔徑 500 公厘，高4000公厘，用耐酸陶缸重叠而成，內放填料。	台	6	耐酸陶料	
5	冷却器	內徑20～25公厘，总長1200公厘。	套	1	玻璃管	附冷却水池一座
6	耐酸缸	口徑500公厘，高600公厘。	只	7	耐酸陶缸	
7	鼓风机	木制风叶及內部用生漆涂漆，用脚踏車帶动。	台	1	木料、生漆、脚踏車架	現在用陶瓷鼓风机，进口100公厘，风量7立方公尺/分
8	加酸缸	口徑500公厘，高600公厘。	只	7	耐酸陶缸	
9	加硝瓶	10000毫升	只	2	玻璃	陶罐也可代用
10	加水缸	口徑300公厘，高400公厘。	只	1	普通陶缸	
11	烟囱	內徑150公厘	座	1	普通陶管	
12	制硝裝置	鑄鉄鍋、陶管、硫酸缸	套	1	鑄鉄、陶管普通磚	
13	操作平台	長10公尺，寬3公尺，高4.2公尺。	座	1	木料	扶梯寬 1.2公尺
14	人力絞車					正在設計中

十一、主要材料一览表

材料名称	規格	單位	数量
青砖		块	5,000
耐火砖	2½	块	600
生铁爐条		根	20
生铁爐門		只	4
耐酸陶缸	ϕ 500公厘	只	70
石英粉		公斤	115
氟硅酸鈉		公斤	5
水玻璃		公斤	100
陶器盆		只	8
耐酸陶管	ϕ 150公厘	公尺	15
耐酸陶管	ϕ 100公厘	公尺	5
草繩		公斤	50
玻璃管	ϕ 10公厘	公斤	15
玻璃管	ϕ 20公厘	公斤	25
水泥		包	15
石灰		公斤	300
石棉泥		公斤	300
木材		立方公尺	4.3
聚氯乙烯管		公斤	2
火泥		公斤	200
填充陶瓷浆烧圈		只	20,000
柏油		公斤	230



硫酸生产工艺流程图

1.块矿爐　2.除尘箱　3～9.第一塔至第七塔　10.鼓风机　11.冷却器　12.水池　13～19.貯酸缸
20.硝酸瓶　21～27.第一塔至第七塔加酸缸　28.貯水缸

土法生产盐酸

三酸二碱为工业生产之母，而鹽酸为三酸之一，自全国工农业大跃进以来，部分原料的产量远远的不能满足新形势的要求，故本厂在化工局的領导下，以土法自产鹽酸以求自力更生，在本厂支部的发动下，同志們以冲天的干劲立即行动，在10月中旬以一个星期的时間搞成了一只土法生产鹽酸的設备，但当时对鹽酸生产的技术操作，設备装置根本沒有經驗，結果因爐温燒不高，漏气的地方亦很多以致出酸不多，但同志們以再接再励的精神，找出缺点吸取教訓，重砌爐灶至11月中旬再次投入生产，效率提高很多。現將具体情况分述如下：

一、目前工业上鹽酸制造方法，大概可分三类：

(一)电解接触法。

(二)路布蘭法（即氯化鈉加硫酸）。

(三)氯化鎂加水分解法。

我厂采取的是第三种方法，其优点有下列几点：

(一)毋需复杂的設备装置。

(二)原料簡單，仅氯化鎂一种，而氯化鎂取自苦滷中成本低，貨源較充沛。

(三)副产品氧化鎂系工业上很有价值的化工原料。

二、化學反应式：

$$MgCl_2 + H_2O \longrightarrow MgO + 2HCl\uparrow$$

三、投資額及生产能力：

投資总額2500元。

生产能力全年产 19Bé 鹽酸130 吨。

四、主要設备装置及規格:

全部生产工序装置分①脫水裝置，②反应室及发生爐，③吸收部分。

(一)脫水裝置:

是用鑄鉄制成，規格: 直徑 58 公分，高 75 公分的旧反应鍋，裝置在烟囱旁，利用余热（参照流程图 1 ），鍋子底部开洞裝陶管，接到反应室作投料之用。

(二)反应室和发生爐:

是采取夾爐式（参照图 1 ）規格: 長 420 公分，高 190 公分，闊 225公分，牆厚 33 公分，結構用耐火磚砌成，反应室呈長方形，頂部弧形，頂部中間开口用 4 吋陶管与吸收塔連接，在反应室前方开二个口，作出副产品氧化鎂之用，反应室規格: 長 230 公分，寬 130 公分，頂部高40公分，边部高22公分。

发生爐規格: 長 125 公分，寬 6.2 公分，高 72 公分。

氧化鎂出料口，規格: 長 23 公分，高 20 公分。

发生爐的热量通过上下火道，热量包圍反应室的四周火磚，供应反应物的热量，使反应室內的溫度达到 700°C 以上，才能使作用物完全分解。

上、下火道規格: 上火道頂部和反应室頂部之間为24公分。

下火道計分 4 道（参照图 2 ）。

进火道 2 道，靠外边二側，每道26公分。

出火道 2 道，居中間，每道23½公分。

(三)吸收塔裝置:

吸收塔用烏四石缸32只砌成，共四座，第一、四座每座七只，第二、三座每座九只，四座塔串連后，用陶管并連（参照图 1 ），最后一塔用 2 吋陶管与大烟囱接通，起拔风作用。串連接口是用耐酸水泥和水玻璃封牢，陶管連接处用石棉綫和水玻璃嵌縫，再用耐酸水泥和水玻璃封牢，在塔內全部用陶瓷填充圈交叉放置以增加接触

面，便于吸收氯化氢气体，使成鹽酸。

五、生产操作时所需工具:

工具	用途
(一)加煤攉及通爐鉄条各一把。	作加煤和出煤渣之用。
(二)出氧化鎂的耙二把。	可用6分洋元做，头部焊鉄板一小块。
(三)大翻及小翻用的鉄条二根。	可用6分洋元做，头部鍛成尖形。
(四)比重計一支(规格0°Bé～70°Bé)	作測量产品的比重。
(五)量筒一只(規格250毫升)	作測量产品的比重。
(六)抽气机一只	作淡酸回流用。
(七)50公斤容积大玻璃瓶三只	作淡酸回流用。
(八)容积300公斤的陶缸一只	作混合不同濃度的酸,使其濃度統一,混合后再裝入酸罈中。

六、生产操作过程:

先將含有六个結晶水的固体氯化鎂200公斤，置于脫水鉄鍋中，开啓閘門，加热使其固态逐漸熔解，温度上升到170°C以上（但不得超过180°C，因再上升就会有氯化氢气体溢出），其全部脫水时間約6小时左右。即可投料到反应室，使其在高热下进行水解反应。

当液态的氯化鎂（約祇含二个結晶水）投入到有700°C高热的反应室中，随即与氯化鎂中含有二个結晶水的水蒸气起作用产生了氯化氢，即从反应室的頂部陶管进入吸收塔，因吸收塔內陶瓷填充圈的冷却作用，即生成鹽酸。于塔的底部，就可放出。

反应初期出酸濃度較淡，約8～9°Bé，以后随着爐温的提高和

水份的减少，酸度也随即增高，最高亦可达到19°Bé左右，到反应末期，濃度又逐渐的下降。

投料3小时后可在出料口进行一次大翻，以后每隔2小时大翻一次，在大翻間隔中，每1小时小翻一次，其翻的作用在于均匀的反应，并加速反应时間，所謂大翻就是开啓反应室的出氧化鎂的口，彻底的把反应物翻一下。小翻就是从出料口的小門上开一小洞，用鉄条在表面翻一下即可。

在第一次大翻后見反应物呈松态及塔内出酸稀少，卽可开啓水汀（已經加热过的），以供应反应物中所需的水份，因3小时后原来剩余的二个水結晶已全部反应完毕，必須从外面补給水份，以利繼續分解，但水汀的开啓大小直接与酸的濃淡有关，必須适当的控制。

在出酸期間必須經常分别测量鹽酸比重，濃酸放到混和缸，淡酸讓它回流至塔中，繼續吸收，以达要求酸度。以后把所要的酸傾入混和缸，使不同的濃度統一，然后裝入甏内。

全部反应时間按我們現在生产約10小时左右，在反应室所生成的副产品氧化鎂呈白色粉末，并塔内酸度在3°Bé以下方称反应完毕，这时卽可开啓出料門，用鉄扒將氧化鎂扒入鉄箱内，則再可进行第二次投料。

七、生产的成果与劳动力：

自11月15日至27日共投料23次。

共耗用氯化鎂4785.5公斤，煤12吨。

共得11.5°Bé鹽酸4550公斤，氧化鎂1000公斤。

其产率为11.5°Bé鹽酸占氯化鎂的95%，氧化鎂为20.9%。

这一結果虽比第一次做的有所提高，但尙不够理想，經研究发現有大量氯化氫气体因不及吸收而自烟囱中逃逸，故在11月28日起加装塔一座，力爭日产达到12°Bé500公斤的目标。

全部劳动力11人，分日夜三班操作（包括厂禮拜調休在内）。

八、劳动保护問題：

(一)鹽酸系強酸之一，濺出会腐蝕衣服，灼伤皮肤，所以在操作中必須穿戴套鞋、防酸手套、袖套及褲套，必要时戴口罩和防护眼鏡以免发生工伤事故。

(二)司爐同志及出氧化鎂时，因該二处温度較高，在操作时必須小心，防止发生燙伤事故。

九、注意問題：

(一)投料后反应室的温度在驟然下降后，应使其迅速回升至700°C以上。

(二)大小翻，操作宜快，使热量不易逃出，保持爐温。

(三)出料口的門是可脫卸的，应先备好二只，事先涂好石棉泥，作为密封之用。

(四)出料口的內部可放些氧化鎂以堵住，因投料时的氧化鎂在出料口边縫漏出。

(五)脫水初二小时一般氯化鎂不会溢出鍋外，待温度在140°C开始，注意以防溢出。若有溢出現象則应將閘門封閉，并用棒攪和不使溢出。

(六)氧化鎂冷却后呈白色粉末算是反应正常，紅色則反应未完全。

(七)因吸收塔最后有管通至烟囪，故应注意在空气較潮的情况下有否冒白霧的現象，亦可用棉花球蘸氨水接近烟囪口試驗，若发現有大量逃逸，应設法改进。

(八)因爐温要求高，故燃料煤的要求較高，但目前統煤亦可使用。

十、目前生产中存在問題：

(一)脫水鍋由于放料管呈弯形，所以常常被氯化鎂堵塞，影响迅速投料。

(二)蒸气虽經加热，但热量不够理想，致在放水汀后，温度迅速下降，不易提高。

(三)因沒有裝置冷却塔，故陶管，吸收塔受热过高有彷漏現象，而使氯化氫气体逃逸，影响得量。

(四)出酸濃度尙淡，主要是沒有回流設备。

以上祇是看到的一些問題，当然还有許多关鍵性尙須繼續研究的問題，要求大家来帮助改进。

資料来源：泰山有机化工厂

附：土法盐酸建造材料清单

1．火磚

用途：用在反应室全部周圍上下火道和发生爐全部及受热較高地方。

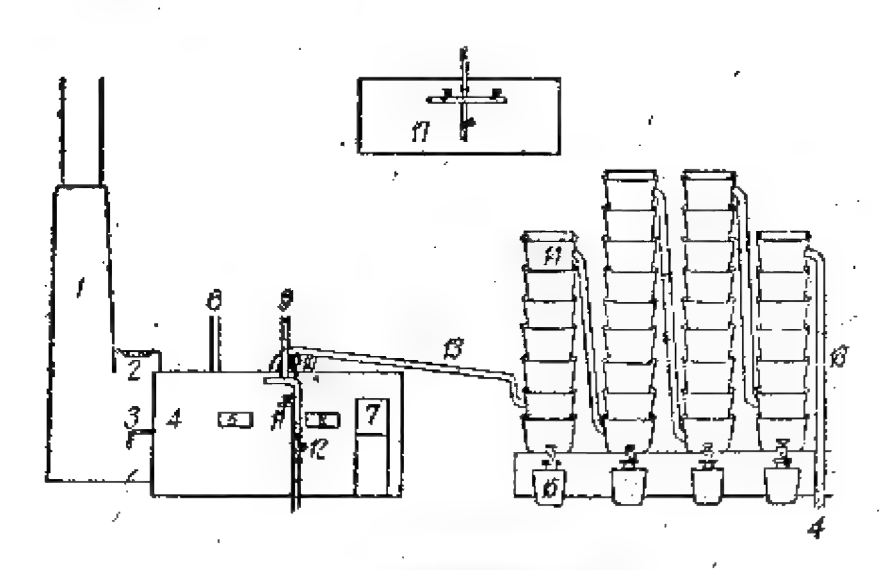
十攸磚（規格9″×25½″×4½″）	25块（反应室底板22块，出火道处1块，发生爐門口2块）
平四枚（規格2½″×9″×18″）	8块（出火道4块，出料門4块）
普通火磚（規格2½″×5″×9″）	1500块

2．靑磚

用途：作砌爐子外圍全部20吋牆用）約18,000块左右。

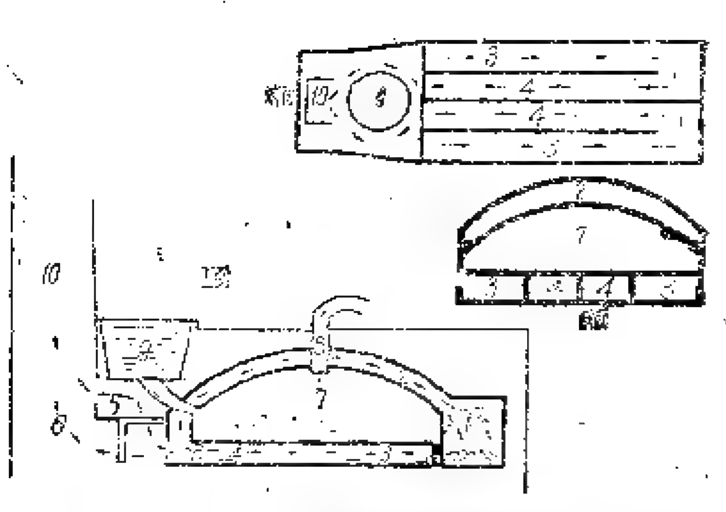
3．爐門　用途：发生爐門，規格14″	1只
4．出料口門　可用鉄板做，中开洞一个	4只
5．爐栅	12只
6．鉛皮拔风管（可利用旧桶）	21尺
7．4″陶管	19只
8．4″陶器弯头	11只
9．2″陶管	24只
10．2″陶器弯头	4只
11．烏四石缸	32只

12. 蒸汽管（爐灶上）	30只
13. 蒸汽球形凡而	6只
14. 压力表	1只
15. 陶器考克	4只
16. 热电偶	1只
17. 抽气机	1只
18. 50公斤容积玻璃瓶	3只
19. 混合用陶缸	1只
20. 保护爐灶分裂的三角鉄(3")	32公尺
21. 陶瓷填充圈	9000只



一、土法鹽酸設备全图

1. 烟囱
2. 脱水鍋
3. 脱水鍋控制温度閘門
4. 反应爐
5.6. 出料口
7. 燃燒室
8.9. 水汀管
10. 压力表
11. 放水汀凡而
12. 减压凡而
13. 通氯化氢陶管
14. 吸收塔
15. 酸甏
16. 最后陶管通至烟囱
17. 反应爐背面水汀管



二、发生罐火道剖面图

1. 发生罐
2. 上火道
3. 下火道（进）
4. 下火道（出）
5. 进入脱水锅余热
6. 直接进入烟囱余热
7. 反应室
8. 氯化氢通至吸收塔陶管
9. 脱水铁锅
10. 烟囱

草　　酸（一）

I　产品名称：草酸

1. 化学名称：乙二酸

2. 化学構造式：

$$\begin{matrix} COOH \\ | \\ COOH \end{matrix} \cdot 2H_2O$$

3. 分子量：126.1

II　性狀：

1. 透明无色之結晶体，有毒。

2. 比重：1.653

3. 熔点：有水 101°C，无水 189°C。

4. 溶解度：水 90°C每 100毫升可溶 120 克

水 15°C每 100毫升可溶 9.5 克

乙醇 15°C每 100毫升可溶 23.7 克

可溶于乙醚，不溶于氯仿、石油醚。

5. 草酸在 150°C 即可分解为蟻酸、CO，CO_2 及水，加热至 100°C可为无水草酸，粉末狀。在100°C以上的温度，即可升华。

III　用途：

常用印染工业之媒染剂、甘油、硬脂酸脂之精制，麦杆制品之漂白，金屬之磨光，稀土金屬沉淀剂，染料制造纖維工业，紡織工业，制革工业，制藥工业均用之。

IV　操作方法及化学反应：

$$①木屑 + NaOH + H_2O \xrightarrow{\triangle} \begin{matrix} COONa \\ | \\ COONa \end{matrix} + Na_2CO_3 + CH_3COONa \cdots$$

$$\begin{matrix}COONa\\|\\COONa\end{matrix} + Ca(OH)_2 \xrightarrow{\triangle} \begin{matrix}COO\\|\\COO\end{matrix}\rangle Ca + 2NaOH$$

$$\begin{matrix}COO\\|\\COO\end{matrix}\rangle Ca + H_2SO_4 \rightleftharpoons \begin{matrix}COOH\\|\\COOH\end{matrix} + CaSO_4\downarrow$$

$$②木屑 + NaOH + H_2O \xrightarrow{\triangle} \begin{matrix}COONa\\|\\COONa\end{matrix} + Na_2CO_3 + CH_3COONa\cdots$$

$\begin{matrix}COONa\\|\\COONa\end{matrix}$ 溶液用阳离子交换树脂交換鈉离子即得草酸。

$$③木屑 + NaOH + H_2O \xrightarrow{\triangle} \begin{matrix}COONa\\|\\COONa\end{matrix} + Na_2CO_3 + CH_3COONa\cdots$$

$$\begin{matrix}COONa\\|\\COONa\end{matrix} + 2HCl \longrightarrow \begin{matrix}COOH\\|\\COOH\end{matrix} + 2NaCl$$

我們在小量試制摸索时，用木屑、燒碱融熔得草酸鈉之后，曾用下列不同的方法来制得草酸：

第一方法：草酸鈉加石灰做成鈣鹽，再用硫酸酸化，得草酸。此法步驟較多，在土法生产設备上有問題，因濃縮草酸在硫酸溶液中需要減压，況且需耐酸設备。直接蒸发容易破坏。不适合大量生产。

第二方法：用离子交換是一个好办法，但体积太大，水蒸发量很大，況且树脂供应困难，蒸发設备有問題，亦不适合土法生产。

第三方法：草酸鈉加鹽酸酸化得草酸，母液加碱回收草酸鈉，步驟較少，省去蒸发設备，能适合目前土法大量生产，也是我們目前正在进行生产的方法。

操作方法：

1. 融熔:

融熔鍋为長8呎闊4呎高8吋之1分鉄板做成，砌一个直接加熱煤灶，用煤烟加热，融熔时用煤鍬四人攪拌，每鍋放96公斤30%液碱，46公斤固体燒碱，加热使其溶解，加木屑62.5公斤(内含水量20%)，(配料比例：木屑1份；燒碱100%1.5%份，水1.5份)用煤鍬不断翻拌，上下翻动，慢慢加热，約至210°C左右，顏色为草綠色即終止，不使其碳化。每鍋約炒2～2½小时左右，鍬入缸中，加熔餅之2½倍水量(每鍋熔餅約135公斤加水337公斤)，不断攪拌冷却，用49×73公分之竹籮20只，上面鋪放紗布进行自然滲濾，12小时可濾干。濾液回收燒碱，濾渣是草酸鈉，放入150升的缸中，加水成糊狀，慢慢加66°Bé H_2SO_4 至pH2～3，中和碱液，抽空过濾。过濾缸二只，直徑80公分，高86公分，6小时可以濾干。濾液加石灰收回燒碱，濾渣为草酸鈉。

2. 酸化設备

用1号砂鍋(容量11升)10只，直接用煤(烟煤)加热，用手风箱鼓风，2小时加热完毕。

过濾設备 用5只过濾缸(80×86公分)石棉布当濾布，4小时濾完。取第一步之粗制草酸鈉化驗草酸鈉含量，得出总草酸鈉重量。加入30%HCl 2.37倍(相当于草酸鈉1克分子，鹽酸2.64克分子)，用直接火加热至90°C，保持半小时，乘热过濾，濾液放入3只50升結晶缸里，静置冷却。析出后过濾得粗制草酸，母液加入燒碱至pH 2～3，回收草酸鈉(此草酸鈉依照酸化方法重新制草酸)。

3. 結晶:

設备 用1号砂鍋2只，細孔过濾漏斗32公分及过濾瓶15,000毫升各一只，50升結晶缸一只。

將以上之粗制草酸，每公斤加入20% HCl 0.8公斤，加热，在80～90°C，使其溶尽。加5%活性炭，加热15分鐘，过濾(乘热过濾)。濾液倒入50升缸中静置結晶，过濾。在40°C内干燥得精

制草酸約10～12.5升(收率依干燥木屑計算为20～25%)，母液放入第二步酸化时循环套用，作一半鹽酸使用之。

V 設备(每天生产200公斤)

(1)融熔鍋 4″×8″×8′尺鉄板 3只 (1分鉄板)
(2)爐灶 3只
(3)煤鍬 15把
(4)缸(溶化用) 350升 20只
(5)竹盤(过濾草酸鈉)(49×73公分) 240只
(6)木格(架) (可放20只竹簍) 12只
(7)缸 (中和用)(150升) 5只
(8)过濾缸(中和用)(80×86公分) 10只
(9)1号砂鍋(酸化)(11升容量) 20只
(10)过濾缸(酸化)(80×86公分) 17只
(11)1号砂鍋(結晶)(11升) 8只
(12)爐灶 (7孔灶) 4座
(13)細孔漏斗(32公分) 8只
(14)过濾瓶(15,000毫升) 8只
(15)結晶缸(50升) 60只
(16)烘房(用煤球爐加熱) 1座8平方公尺
(17)木架子 2只
(18)竹簍 40只
(19)生鉄鍋子(回收燒碱用)60吋 8只
(20)缸(回收燒碱及碳酸鈣沉淀用) 30只(350升)
(21)真空泵(連馬达) 1只

Ⅵ 原材料規格及性狀:

品　名	分子式	分子量	性　　狀	含量	比　重	熔点	沸点	溶解度
①固　碱	NaOH	40.01	白色块狀，易吸湿潮解，腐蝕力甚强，不能接触皮肤		2.13	318°C	1390°C	热水冷水 347 42
②液　碱	$NaOH + H_2O$		近乎无色及紫紅色透明液	30%	30°C 1.325			
③硫　酸	H_2SO_4	98.08	密度大，油狀稠厚无色液体，腐蝕力甚强	98%	1.834	3°C	330°C	能发熱
④鹽　酸	HCl	36.47	澄清微黄色之液体	30%	20°C 1.15			易　溶
⑤石　灰	$Ca(OH)_2$	74.1	白色块狀易吸湿潮解		2.078	580°C时失去水为CaO		
⑥活性炭	C	12.01	黑色粉末		1.8～2.1			不溶水

Ⅶ 操作与注意事項:

①融熔时当心焦化，发現有焦化現象，立卽加入少許冷水。

②酸化及結晶时不使鹽酸气逃逸，防止生成过多草酸鈉。

③加硫酸时不适宜，过快防止濺出，形成伤害人体。

④使用鹽碱时戴好防护眼鏡、橡皮手套、穿好工作服，才能进行工作。

目前操作上存在問題如下:

(1)过濾之草酸鈉使用之紗布容易被酸腐蝕損坏。

(2)回收燒碱問題尙須摸索，等待及时解决。

(3)过濾酸用濾布易損坏。

(4)过濾草酸鈉不能濾得太干，耗用硫酸量极大。

Ⅷ 草酸含量測定方法:

(Ⅰ)操作方法

精密称取約0.3克置200毫升錐形瓶中，加入水50毫升，硫酸5毫升，加热至80°C，乘热用$N/10$高錳酸鉀液滴至淡紅色，每毫升$N/10$高錳酸鉀液与$C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$ 6.30克相当

$$\frac{\text{高錳酸鉀毫升数} \times \text{当量数} \times 6.3}{\text{样品重量}} \times 100\% = \text{草酸}\%$$

（Ⅱ）高錳酸鉀液$N/10$配制方法：

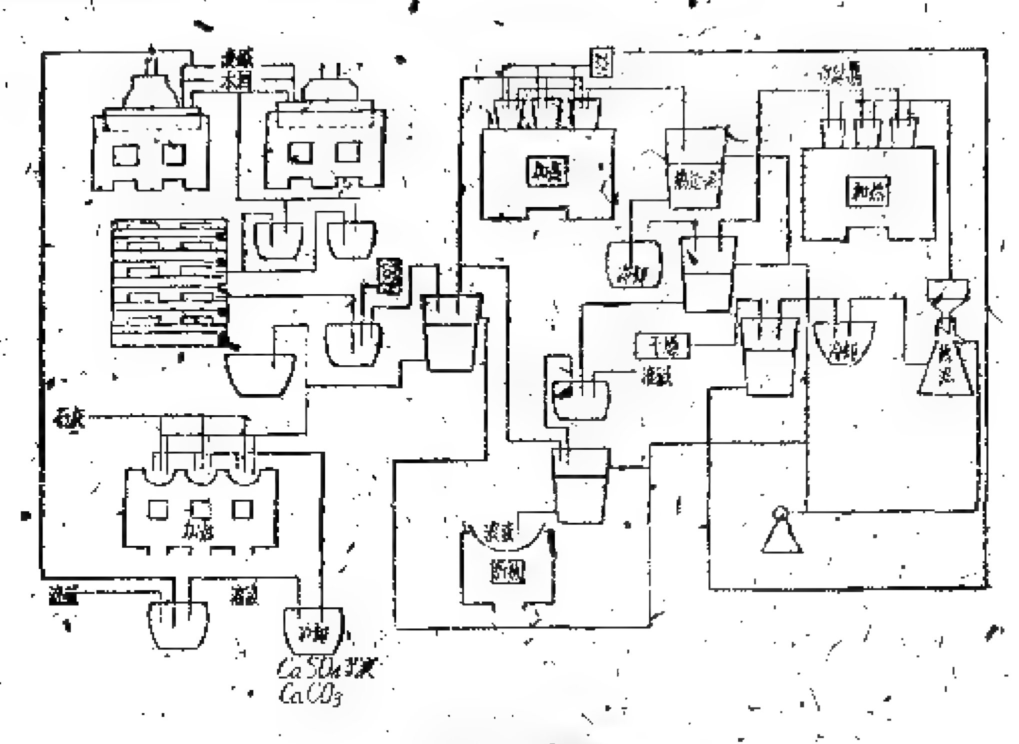
取高錳酸鉀液3.3克加适量的蒸餾水，使溶解成1000毫升、煮沸15分鐘，密置靜俟2日以上用石棉过濾。

另取草酸鈉用110°C干燥恒量后，精密称出約0.2克，加蒸餾水100毫升溶于200毫升錐形瓶中，加硫酸7毫升加热至60°C，乘热用本液滴定，随滴随搖至得持續15分鐘的粉紅为止，每67.01克草酸鈉与31.61克高錳酸鉀相当。

Ⅸ **劳动力：**

三班每班30人（以日产量200公斤計算），

資料来源：科发藥厂



草酸工艺流程图

草　酸（二）

一、产品名称：草酸。

二、需用原料（附配料比例）：

硫酸 65%：565 公斤。

水：200公斤。

硝酸 96%：282 公斤。

触媒剂 { 硫酸錳：3.6 公斤。
硫酸亚鉄：3.6 公斤。
钒酸銨：0.12公斤。 }

草酸：4.8公斤。

葡萄糖：109公斤。

三、主要設备：

耐酸反应缸（陶器），搅拌器（不銹鋼制），結晶槽（瓷磚砌成），过濾缸（陶器）。

四、操作程序：

（一）化合

1．先將 565 公斤（65%）硫酸，用水稀释到 50%（即 41°Bé 約需加水 200 公斤），然后將接触剂硫酸錳 3.6 公斤，硫酸亚鉄 3.6 公斤，钒酸銨 0.12 公斤，草酸 4.8 公斤一次加入，务使全部溶解。为使操作便利起見，可將这些接触剂預先溶解于水，再用这水溶液稀释硫酸。

2．然后將96%硝酸 282 公斤，小心加于反应缸内，立即用石膏粉把缸口封好，开动搅拌机，使之充分混和。放冷至常温，然后再逐步地把糖分次加入（第一次約可以加 20～25 公斤）。

3. 約半小时后，作用开始（时間長短与室温高低有密切关系），二氧化氮气体大量发生。这一作用系发热反应，温度会很快上升。为保証得量，須控制温度保持在33°C左右，温度計長約1公尺須接触液面，故应放多量自来水于反应缸外水夾层中，以降低作用物的温度。須密切注意反应缸中作用的进行，以不超过 40°C 范圍，当温度沒有繼續在上升时，可陆續把糖一次一次加入（每次約7公斤左右）。

注：用自来水冷却反应温度，关系到安全操作和得量之高低，故須十分重視，如糖加得太快会使作用非常剧烈，有很大量二氧化氮生成，温度驟然上升。这时气体出路如不暢通会引起反应缸爆炸。

4. 糖数量加至一半后（即50余公斤加入后）作用漸趋平靜，以后可根据温度的高低，把糖繼續加入，在后一半糖加入时，温度可保持在50°C以下（約每隔三刻鐘可加糖5～10公斤）。待全部糖加完（約15～16小时）后，使反应物温度保持55°C左右繼續作用4小时，同时赶去其中二氧化氮。温度不足时，可用水汀加热于缸外水夾层处。

5. 整个反应缸中作用的进行，我們的要求，温度必須严格掌握，全部反应时間約需20小时，作用完全后，將反应物放到結晶槽，任其自然冷却結晶。

（二）出晶：

出晶前先將母液分离（此母液濃度約在 38～39°Bé 左右），出晶后的母液可用濃硫酸拼濃到 41°Bé 仍返回到反应缸中代替硫酸使用，接触剂都存留在母液中，故不必再行添加，然后將晶液运入陶器缸中（底部有孔能使母液流出）瀝干，此时所得到的晶体，內含有較多量的母液（硫酸），用內胆由不銹鋼制的离心机分离，直到甩干为止（各步回收的母液可用濃硫酸拼到 41°Bé 而返到反应缸代替硫酸使用）。

（三）重結晶

1．上面所得到的晶体，虽已由离心机甩离过，但仍含有少量母液和其他杂質，故必須进行重結晶。重結晶可以在普通大缸中进行，將所得到的晶体，用自来水加热溶解到14～16°Bé，保温澄清必要时可用炭粉脫色过濾之。

將上面澄清液体吸到結晶缸中，过夜結晶，結晶时可勿攪动，否則会結細晶，影响操作和外观。

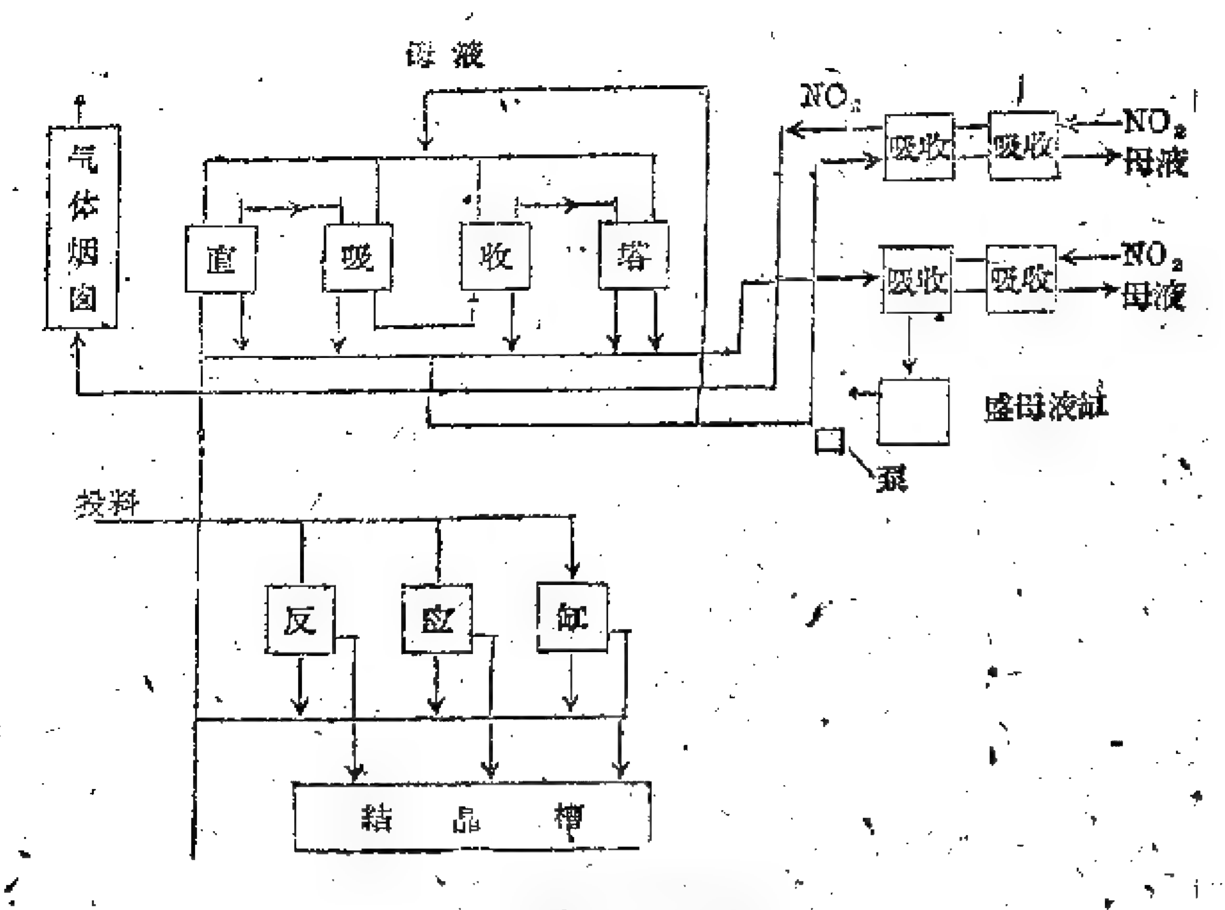
2．結晶从結晶缸中分出母液（此母液在下次重結晶时，可做溶剂之用），然后用不銹鋼棒，將晶鏟下，鏟下之晶体經敲碎后，运到陶器缸中（此陶器缸底部有孔，能使液濾出）瀝干，裝入离心机甩干。將干晶攤鋪竹篾中，进入烘間烘干或阴晾干，烘間温度不宜过高，因草酸有二分子結晶水，过热会失水风化，并影响晶体的光泽。草酸晶体如甩得較干一点，干燥也較容易，次日需待晶冷却后裝入木箱，每箱为 50 公斤（根据上述配料，每缸能得晶 163.5 公斤）。

五、反应方程式：

$$\underset{\text{葡萄糖}}{(C_6H_{12}O_6)n} + \underset{\text{硝酸}}{6HNO_3} \rightarrow \underset{\text{草酸}}{3C_2H_2O_4} \cdot 2H_2O + \underset{\text{二氧化氮}}{NO_2}$$

六、流程示意图：（見42頁）

七、資料来源：　　大丰化工厂



草酸制造流程图

磷　　酸 (H_3PO_4)

一、化学反应：

反应式：$P_2O_5+3H_2O \longrightarrow 2H_3PO_4$

二、原料：

每單位100公斤直接成本350.76元

每100公斤單位，其原料、人工、燃料如下：

五氧化二磷	70公斤
硫化鈉	6.5公斤
硫　酸	6公斤
过氧化氫	2公斤
蒸餾水	3瓶
石棉、絨綫（过濾用）	0.05公斤
煤	50公斤
炭	3.5公斤
人工	1.5工

三、操作方法：

（一）溶解：

1. 100升耐酸缸，如內部有鉄粉塘涂，应先用硝酸处理，以去除其鉄，再予洗清。

2. 在耐酸缸内，先放入蒸餾水約10,000～20,000毫升，逐漸少量加入P_2O_5，并予攪拌，待至呈厚漿狀，再加水攪拌，加P_2O_5，如此反复操作，至占缸的容积⅔。

（二）去砷：

1．在10升燒瓶內放入比重1.80～1.85/25°C的磷酸7,500～8,000毫升，先在水浴上加热至80°C左右，或者乘溶解余热，通入硫化氫气体。

2．硫化氫的发生可用Na_2S及廢硫酸，廢硫酸适当稀釋至比重1.20左右。

3．每7,500～8,000毫升磷酸，通入H_2S所用廢硫酸約为2,500～3,000毫升，应使磷酸內所含砷全部去淨为度。

(三)过濾：

1．用白色磁孔漏斗、三角瓶、真空泵浦过濾。

2．磁孔漏斗用酸洗石棉墊鋪，或用玻璃布、黃沙墊鋪，黃沙必須事先以HCl处理去鉄。

3．趁热濾去硫化砷，濾得物必須澄清，否則应該重鋪、重濾。

(四)漂白：

1．澄清濾液7,500毫升，放在10,000毫升燒瓶內，置沸水浴上，以打气泵浦接上导管，打气驅逐殘余H_2S。

2．H_2S驅尽后，先加入30％双氧水50毫升，打气相当时間后，燒瓶內基本上已无白色泡沫，再第二次加入30％双氧水50毫升，双氧水应加多少，可視已漂白的程度而定。

(五)去除还原物，調整含量。

1．最后一次双氧水加入后，打气至液体內已无白色泡沫，加入0.1NKMnO$_4$5毫升，如紅色立即褪去，应再打气相当时間再加。如加入后紅色持續5分鐘不褪，另一次加入20毫升，打气至紅色褪尽即可。0.1NKMnO$_4$最多不得超过150毫升。

2．放冷后加蒸餾水調整比重，使在25°C时为1.702～1.706，其含量即为85％以上。

四、安全操作制度：

1．溶解P_2O_5应在通风处操作，站立上风，避免气态P_2O_5沾着皮肤刺痛。

2、整个操作过程中，操作人員应戴上护目眼鏡、橡皮手套，穿上長統套鞋。

3、通 H_2S 应在通风处进行，操作人員站立上风，防止吸入 H_2S，以免中毒。

4、通 H_2S 之三角瓶应加过稀硫酸后，隨时地振搖，防止发生瓶塞冲去現象。

5、使用接触腐蝕性化学品，严防沾及皮肤。

五、磷酸的化学試剂規格

(依照 Rosin: Reagent Chemical and Standard 1946 edition)

磷酸含量	85%
揮发酸	0.001%
氯(Cl)	0.0005%
硝酸根(NO_3)	0.0005%
硫酸根(SO_4)	0.003%
砷(As)	0.0001%
鉄(Fe)	0.005%
磷酸鹽及硷	0.2%
高錳酸鉀还原物	合格
重金屬(Pb)	0.001%

六、資料来源：开明化学厂

土法生产醋酐

一、成品性狀：

本品为稍帶黃色的液体，有刺激性臭。

二、用途：有机合成，賽璐珞制造，有机溶剂，分析試剂，染料及飞机翼涂料。

三、原料：

无水醋酸鈉（水分应在0.2%以下）（工业用）

氯化硫　　　　　　　　　　　　　（工业用）

醋酐　　　　　　　　　　　　　　（工业用）

四、設备說明：

1. 53介侖油桶制之反应器，連蓋及攪拌器。桶口加裝法蘭圈，由1.5吋三角鉄制成；桶蓋由⅝吋鉄板制成，中心有一密閉之攪拌軸孔，四側有3吋口徑之加料口，另有一插溫度計口及一餾出管，此管可有⅝吋鉄管制成，攪拌器由一7吋皮帶輪傳动，軸为$1^{2}/_{8}$吋洋元（圓鉄条），攪拌槳由扁鉄制成，攪拌速度每分鐘約80余轉。

2. 油浴与爐灶（与反应器相称）。

3. 蛇形冷凝器（1吋白鉄管制）。盤曲对徑約12吋，圈数約10圈，外套木桶，使用时盛放冷水或冰水。

4. 直形冷凝器由6分白鉄管制成，長3公尺，外套白鉄皮管壳并有冷却水进出口（此冷却器可以另以一蛇形冷却管替代，既可提高效力，又可縮小工作面积）。

5. 接受瓶1只。

6. 真空泵1只（連电动机）。

7. 电动机1只（攪拌用）。

8．滴液瓶1只。

9．双鍋爐灶一座（普通爐灶即可）。

五、生产流程图：

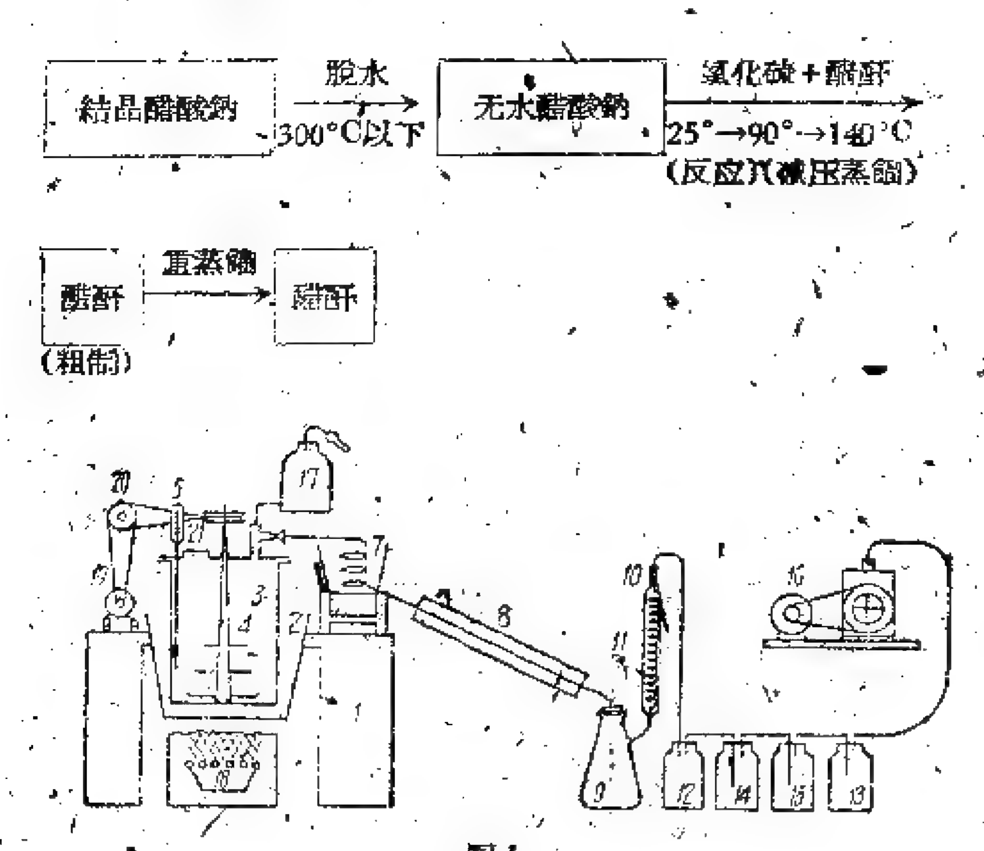


图1

1.磚砌灶　2.鉄鍋（半截大鉄桶）　3.反应鍋　4.攪拌器　5.温度計　6.餾出管并加氯化硫口　7.蛇形冷凝管　8.直形冷凝管　9.接受瓶　10.玻璃蛇形冷凝器　11.出液管　12.13.安全瓶　14.15.碱液洗瓶　16.真空油泵　17.氯化硫加料瓶　18.爐子　18.傳动电动机　20.傳动軸　21.醋酸鈉及醋酐加料口

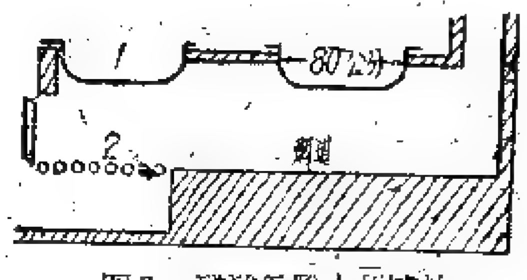


图2　醋酸鈉脫水用爐灶

1.鉄鍋（約80公分）　2.磚灶（普通爐灶）

六、生产方法：

1．反应方程式：

$$8CH_3COONa+3S_2Cl_2 \longrightarrow 4(CH_3CO)_2O+Na_2SO_4+6NaCl+S$$

2．投料：

无水醋酸鈉（水分应在0.2%以下）	40公斤
氯化硫	24.3公斤
醋酐	23.4公斤

（注：按本反应鍋容量无水醋酸鈉投料可投60公斤，其他兩种可按比例增加）。

3．操作步驟：

（一）醋酸鈉脫水：將結晶醋酸鈉置鉄鍋中，时时翻动加熱，結晶醋酸鈉漸漸溶解于其結晶水中，繼續翻动，讓水分揮散，此时无水醋酸鈉漸漸析出，不定翻抄于溫度300°C以下，抄翻至完全干燥为止，密閉冷却待用。

（二）加料：在經过檢查認为良好之反应鍋中，先加入醋酐，然后加入磨細之无水醋酸鈉，在投料时应不斷攪拌，反应鍋外应以冰水或冷水冷却，待无水醋酸鈉加完后稍待攪拌，便可在25～35°C間滴入氯化硫，可从餾出口滴入，滴完后換裝一迴流冷凝器。

（三）反应：小心漸漸地將水浴加溫至40～50°C，此时反应鍋內溫度漸漸上升，此时即应密切注意其升溫情况不使其驟升。如发生驟升現象应用冰冷却，如此保持1～2小时以后，溫度漸漸升高，至90～95°C反应2小时，然后冷水浴中之水放干改換成油浴，在本阶段中应不斷攪拌。

（四）蒸餾：先將餾出口之迴流冷凝器取下改裝一溫度計，將油浴漸漸加溫至90°C以上，然后打开餾出口之活門，并漸漸开启真空泵，减低反应桶內压力，并繼續升高油浴溫度，醋酐即可逐漸蒸餾而出，油浴可升至140°C，甚至更高（約至200～220°C）使蒸餾完全，蒸餾时亦应尽可能的加以攪拌。

(五)重蒸餾：將上述粗品重蒸餾一次(124～140°C)。

七、产率及質量：

本反应条件产率以醋酸鈉計算可达理論量的76%（但以重量計算，其中包括不純物及杂質，沸点124～140°C)。

八、劳动力：

約需10～12人（三班制）。

九、注意事項：

設备安裝后应进行檢查与試空車，檢查应注意反应桶有无孔隙，焊接处有无裂縫，攪拌槳周轉是否正常，有否擦及桶身，或打着温度計；温度計应尽量接触到反应物，并应檢查整个系統的密閉情况是否良好，接縫是否密合，与空气接触处应全部接上干燥裝置。上述情况在每次开車前均应檢查妥当。

十、目前存在之問題：

1．腐蝕問題：本設計所使用之汽油桶未加以任何防腐蝕措施，而此反应鍋腐蝕較烈，特别是氯化硫的腐蝕更烈。

2．产品純度問題：本方法所得之产品內含有多量揮发性杂質及部分醋酸，目前尙未加以处理，产品之沸点亦低，可能尙存在問題。

3．本反应所使用时間長达20小时左右，可研究压縮。

十一、原料代用：

用氯化硫酰代替氯化硫生产醋酐，可使得量提高20%以上而氯化硫酰之投入量較氯化硫减少（为氯化硫之60～70%），所得之醋酐不含硫黃，質量較純，操作方法与上同。

十二、資料來源：美林登藥厂　光明藥厂

土法生产糠醛

一、年产量　10吨

二、消耗定额　以1吨产品計算

苞米芯	25吨
70%硫酸	0.95吨
食鹽	8.34吨
木柴	4.17吨

三、主要設备

①　浸漬缸　8个，每个容积約为700市斤。

②　蒸煮鍋　市售的60寸大鉄鍋20个。

③　回流柱　20个，直徑75公厘的陶土管，高4公尺，内置12×15公厘高的瓷杯。

④　冷凝器　12个，外壳用普通大水缸，内放入用直徑50公厘鋼管弯成的蛇形管，盤管直徑为0.6公尺，共盤20圈，鋼管上端接精餾塔（或回流柱），另一端由缸之底側穿出，接凝液貯缶。大缸底側开二个孔，一供鋼管穿出，另一个用作放水。

⑤　蒸餾鍋　4个，同蒸煮鍋尺寸。

⑥　精餾塔　4个，用直徑300公厘的陶土管制成，中放20公厘×20公厘高的瓷环，塔高6公尺。

⑦　回流貯缶　用容量400市斤的水缸4个，底側开一个出料孔。

⑧　第一次淡糠醛液貯缶　容量400市斤的水缸4个。

⑨　第二次淡糠醛液貯缶　容量400市斤的水缸4个。

⑩　粗糠醛貯缶　容量50市斤的陶瓷缸4个。

四、流程概述

① 浸漬 在浸漬缸內加入22公斤已經人工切碎的苞米芯，以及配成2%濃度的稀硫酸30公斤，攪勻，浸漬4小时。

② 蒸煮 在大鉄鍋內加入已經浸漬过的苞米芯和硫酸的混合液，再加入7公斤食鹽，蓋緊鍋蓋，用直接火加热。控制鍋內温度在80°C。蒸发出来的蒸汽經过一根回流管，由空气冷却仍回到鍋內，操作时隨时注意，切勿讓鍋內液体由回流管冲出。如此密閉回流4小时，使鍋內物料充分水解。而后升温至102°C，这时鍋內沸騰，糠醛隨水汽一起蒸出。这时打开通向第一次淡糠醛貯缸的管綫，混合蒸汽經冷凝收集于貯缸中，是为第一次淡糠醛液，含糠醛量約为3～4%。

3小时后，蒸出物已尽，此时再往鍋中加入66升水，攪勻，繼續再煮沸蒸出，这时关閉通向第一貯缸的管綫，而打开通向第二貯缸的管綫，蒸汽冷却后，收集于第二貯缸內，得第二次淡糠醛液，含糠醛量在1%左右。

加入之66升水，可用蒸餾后之殘液或分层出来的水。

③ 精餾 將五个鍋子所蒸得之第一次及第二次淡糠醛溶液分別合并。合并后的第一次蒸出液，約有150升左右。取其一半，貯于塔頂回流用之貯缸內，另一半与第二次蒸出液合并。第二次蒸出液有330升，二次合并得400升淡糠醛溶液，加入精餾用之鉄鍋內，密閉，用直接火加热，至鍋內温度达97°C时，打开通向冷凝器之閥門，同时讓回流貯缸中的第一次淡糠醛液由塔頂噴淋流下，这时蒸出糠醛与水的共沸物蒸汽，經冷凝冷却后，放于貯缸內。

塔頂回流量可以控制，由小漸大。注意塔頂蒸汽温度，用回流的办法，使温度不超过98.5°C。回流液放完后，俟蒸汽温度到达99°C，即可停止蒸餾，并熄灭柴火。

温度的控制，用增加或減少燃燒木柴的办法。

蒸出液体为糠醛与水的混合物，冷却后，分为兩层，分出水得

粗糠醛，含量約为85%。如不分层，則必須重新蒸餾。

蒸餾鍋內之殘液，为含糠醛少量之水液，可与以上分出之水液合併，供前面蒸煮时配料使用，藉以提高收率。

五、基本投資 土建：蘆棚厂房 100平方公尺 2000元

設备：	①大鉄鍋24只	720元
	②700公斤大缸20只	300元
	③400市斤大缸12只	80元
	④直徑75公厘陶土管80公尺	80元
	⑤直徑300公厘陶土管24公尺	100元
	⑥瓷环2立方公尺	100元
	⑦鉄管及閥門等	200元
共計		3580元

六、成本估算	70%硫酸	0.95吨	256元
	食鹽（回收率76%）	2.00吨	460元
	木柴	4.17吨	167元
每吨糠醛成本			883元/吨

七、用途 人造纖維，人造橡膠，塑料，医藥原料。

八、說明 本設計可作以下几方面变更，各建厂單位可酌情变动，以适应本地具体情况。

① **年产量** 由于本設計以五个蒸煮鍋为一組，而用四組組成一个年产量10吨的土法糠醛厂，再多或再少当然都可以，因此各建厂單位可根据本地实际所需要处理的农村廢料厂，决定規模，而后再决定用几組設备。

② **原料** 苞米芯，实际上一般农村廢料都可以用来代替苞米芯作原料，如燕麦壳、棉籽壳、苞米粉、甘蔗渣、蕎麦壳、稻米壳、（糠）、花生壳以及稻草、麦杆、等均可。

如无70%硫酸，則凡是濃度大于2%的硫酸都能用，如无硫酸，用鹽酸也可以。若有廢酸（硝酸不能用），亦可使用，并可降低成

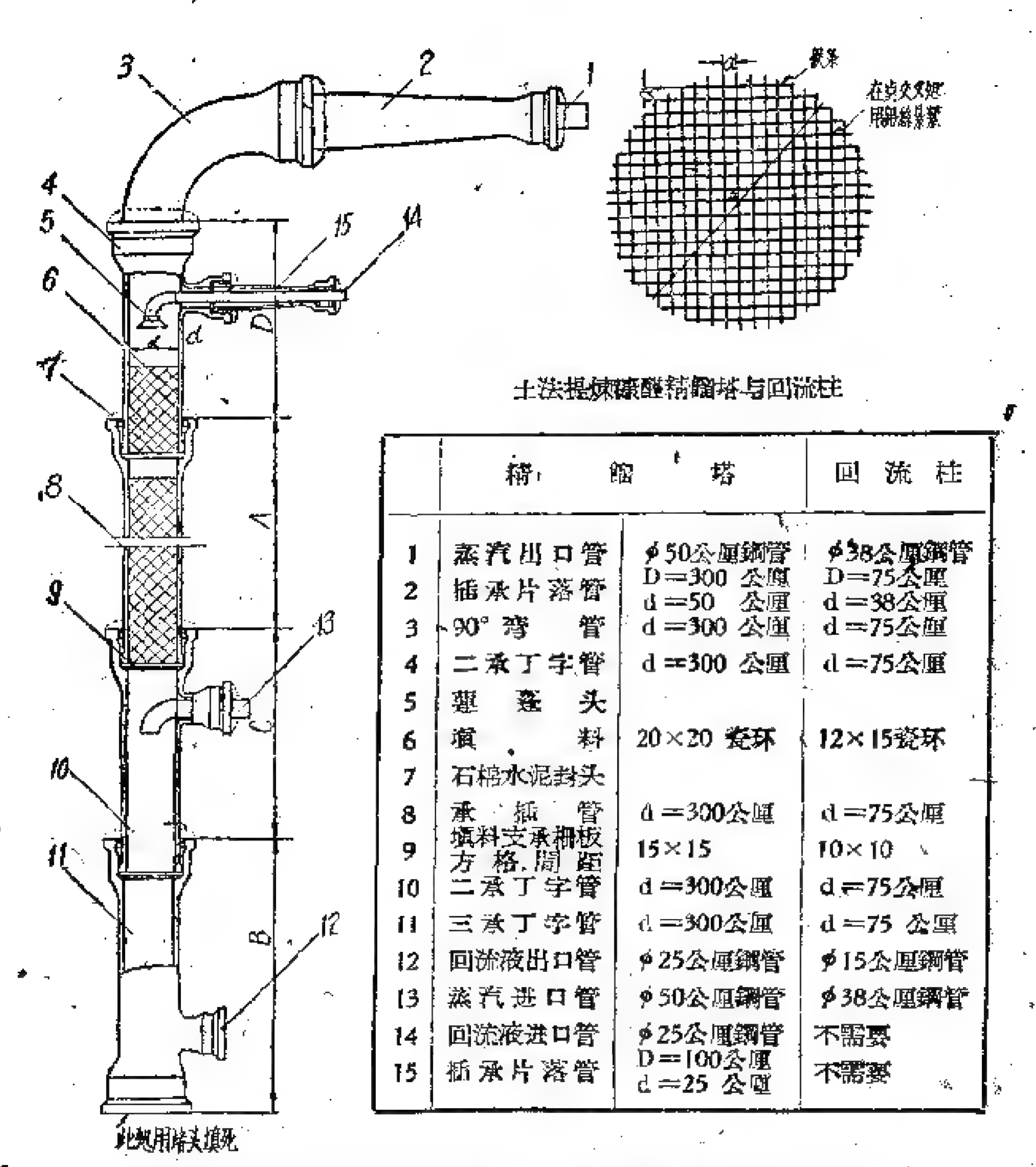
本。各地可采用当地最便宜的燃料，如木柴、藁等，北方就可以用煤。

③ 設备 回流柱及蒸餾塔的材料，如无陶土管，可以用鑄鉄管或其他代用材料制造。

蒸煮鍋用直接火加热，可能加热不均，影响收率，如果发现这种现象严重，可以改用間接加热法，例如可以采用水浴，外面鉄鍋盛水，而里面再置蒸煮用的鍋子。为了提高水浴温度（保証能达到102°C），水浴用水中可加一些氯化鈣（或鹽）。

回流柱及蒸餾塔中之填充瓷环，如購买不到，可用碎玻璃或鵝卵石等代用。但勿填塞太紧，以防阻力过大。

九、資料来源： 上海化工医藥設計院



土法提炼糠醛精馏塔与回流柱

	精馏塔	回流柱
1 蒸汽出口管	φ50公厘鋼管	φ38公厘鋼管
2 插承片落管	D=300 公厘 d=50 公厘	D=75公厘 d=38公厘
3 90° 弯 管	d=300 公厘	d=75公厘
4 二承丁字管	d=300 公厘	d=75公厘
5 塑 塞 头		
6 填 料	20×20 瓷环	12×15瓷环
7 石棉水泥封头		
8 承 插 管	d=300公厘	d=75公厘
9 填料支承栅板方格間距	15×15	10×10
10 二承丁字管	d=300公厘	d=75公厘
11 三承丁字管	d=300公厘	d=75 公厘
12 回流液出口管	φ25公厘鋼管	φ15公厘鋼管
13 蒸汽进口管	φ50公厘鋼管	φ38公厘鋼管
14 回流液进口管	φ25公厘鋼管	不需要
15 插承片落管	D=100公厘 d=25 公厘	不需要

本設备用下水陶土管或鑄鉄管制造而成。陶土(或鑄鉄)管与管連接好后，用石棉水泥密封。石棉水泥配料如下：石棉絨30%水泥70%，水为乾石棉水泥混合物的10～12%。陶土管与鋼管連接，可按适当大小头(插承片落管)將鋼管插入密封。如用鑄鉄管，則可用法蘭式。与鋼管法蘭接合。鋼管間用絲扣連接。图中A在精餾塔为5公尺，回流柱为3公尺，其余B.C.D.可根据所購管長度而随意定之。图中d_1在精餾塔为300公厘，回流柱为75公厘。D_1在精餾塔为323公厘，回流柱为93公厘。a在精餾塔为15公厘，回流柱为10公厘。

回流柱
回流柱
回流柱
回流柱
回流柱
冷水
食盐
食盐
食盐
食盐
食盐
蒸煮锅
蒸煮锅
蒸煮锅
蒸煮锅
蒸煮锅
[illegible]米芯
加料
(2% H_2SO_4)
浸渍缸
浸渍缸
冷水
冷水
冷凝器
冷凝器
放水
放水
冷水
第二次淡糠醛缸
第一次淡糠醛缸
回流贮缸
蒸馏塔
蒸馏锅
冷水
冷凝器
放水
分层缸
水
粗糠醛

土法糠醛提炼工艺流程图

土法炼制金屬鈉工艺过程

Ⅰ　产品名称：金屬鈉。

Ⅱ　成品規格与物理性狀：金屬鈉，性軟，容易用刀切开，切面呈銀白色。在空气中受潮气影响，会自燃，在水中溶解并爆炸。在酸或醇中，均能溶解，不溶于煤油和苯中，故一般貯存于煤油中。

比重：0.9720。溶点97.5°C，沸点880°C。

用途：有机合成化学之还原剂，制造氫、过氧化鈉、氰化鈉和鈉胺、石油脫硫剂与催化剂。

Ⅲ　原料規格：氫氧化鈉"工业用"色白，含量99%以上，焦炭"工业用"。

耗用定額：氫氧化鈉十斤，焦炭一斤半

Ⅳ　主要設备：

1. 反应鍋：用无縫鋼管制成，蓋上有兩个开口。第一口上裝置接一个信号球的鉄管2.5公分（信号球用普通籃球內胆）。第二口裝置出氫及鈉蒸气之鉄管，口徑約4～5公分，并且作为加料口（反应鍋最好外壁噴鋁可以防止氧化，延長使用期）。

2. 加热爐：用耐火磚砌成內壁，以煤作为燃料，反应器之周圍皆直接与火焰接触，蓋上頂涂很厚一层石棉作为保温，烟道从反应器上部通出，通向烟囱。

3. 收集器用鋼管制成，共制兩只，上端接出鈉管，中部接有一短鉄管帶有气角（活塞）或可用硬質三角抽气瓶代用。容积3～5升，外加防护罩，一般用鉄絲網制成，收集器內須貯有三分之一体积之煤油。

4. 真空泵：在掉換收集器时，用以抽除器內空气。

5. 高温鉻鋁热偶表，插在反应鍋旁，以測定加热爐之温度，表面温度为 0～1200°C。

注意：整套反应器設备，应保持干燥密閉，且在反应过程中，应注意反应器中不得有外界空气倒流和含有水分。

V 生产方法：

甲、化学反应过程：

$4NaOH + 2C \rightarrow Na_2CO_3 + 2H_2\uparrow + CO\uparrow + 2Na$

乙、生产前准备工作：

1. 氫氧化鈉：需充分脫水，置鉄鍋中用火直接加热，到 260～310°C，2～3小时，用玻片置鍋上1～2分鐘，玻片上不得有水蒸汽凝聚。

2. 焦炭：敲成細粒直徑約 1 公分，置鉄板上烤至干燥約1～2小时。

丙、崗位操作法：

1. 反应器須預热到 250°C，以除去內部潮气，將已充分脫水之氫氧化鈉及焦炭（10:1.5）加入，定量須視反应鍋大小而决定，一般不超过整个反应鍋的¼，將加料口加蓋，并用水玻璃与氧化鎂調和封口。用石棉保温，繼續升温。

2. 檢查反应器各部是否密封，和有无漏气現象方法：在 400～500°C，当有氫气产生后，密閉反应器的各管道出口，看信号球是否膨脹，并压縮球体时，是否縮小。

然后开启收集器的气角（活塞），同时压縮信号球，以排除反应鍋內剩余空气，同样連續操作 3～4次，以后燃点氫气，然后加热并控制温度緩緩上升，从 250～500°C須有 1½ 小时左右，使反应物可繼續脫水。

3. 逐漸升温从 500～600°C，須有 1½ 小时左右，从 600～700°C 須有 3 小时左右，在 600～700°C之間，这一时期須特別注意加温速度，不能太快，且不得驟冷驟热，同时注意氫气火焰不宜長于

15公分，且須要稳定，不得时長时短，否則反应物由于反应过剧而溢出，堵塞管道。

4．反应时发生之氫气应及时將它燃燒去，以防混入空气中引起火灾。隨时注意信号球。倘信号球突然膨脹，即表示反应过剧。反应物堵塞管道立即檢查，且降溫到400°C左右，进行管道清除工作方法。

拆除部分出鈉管道，用燒紅鉄棒，疏通管道。

5．随时注意火焰的長度和色泽，帶有黃色表示有鈉蒸气逸出，如溫度过高，应降溫。火焰短时或將熄时，应立即用橡皮塞或其他东西堵塞出氫气管，不得讓空气流入反应鍋中，以防金屬鈉蒸气氧化。

6．溫度在700°C时关上出鈉口之考克，換上一只干燥收集器，此器內盛煤油，接口处用水玻璃与氧化鎂調和封口后，用真空泵抽除器內空气，或照第二条之方法，排除收集器內的空气。

7．从700～950°C須有3小时左右，随时注意燃燒氫气之火焰，每次保溫至火焰漸漸縮短时，方得升溫一次，每次約10°C左右。

8．溫度达到880°C左右，开始有鈉蒸气产生，或有鈉流出，須及时用噴灯燒出鈉管道，以防管道中溫度低而凝結，致堵塞管道。

鈉流入煤油中，若收集器中煤油发熱时，应另換一收集器，以防火灾。

9．在950°C保持2～3小时，使鈉蒸气全部逸出。在这期間氫气逐漸減少，火焰也逐漸縮短。为避免空气倒流，可將出氫口用橡皮塞塞住，然后閉上出鈉口考克，取下收集器，同时將出渣口鉄塞拔去，使渣全部流出（必要时可略升溫）。

Ⅵ　注意事項：

1．一切反应須在干燥情况下进行，絕对不能有水分与空气混入反应鍋中。

2. 操作时须戴上防护用具如安全帽、面罩、平光眼鏡、中統套鞋、工作服等，最好皮肤不要暴露，以防氫氧化鈉灼伤。

3. 发生火灾时，只能用干燥黃沙或細煤灰及其他无机粉（滑石粉等），絕对不能用水、四氯化碳或灭火机，否则发生爆炸。

4. 若氫氧化鈉或碳酸鈉（渣）濺在皮肤上，应立即用水冲洗，再用硼酸水洗或用棉花醮酒精揩之，必要时敷硼酸油膏或包纏绷帶。

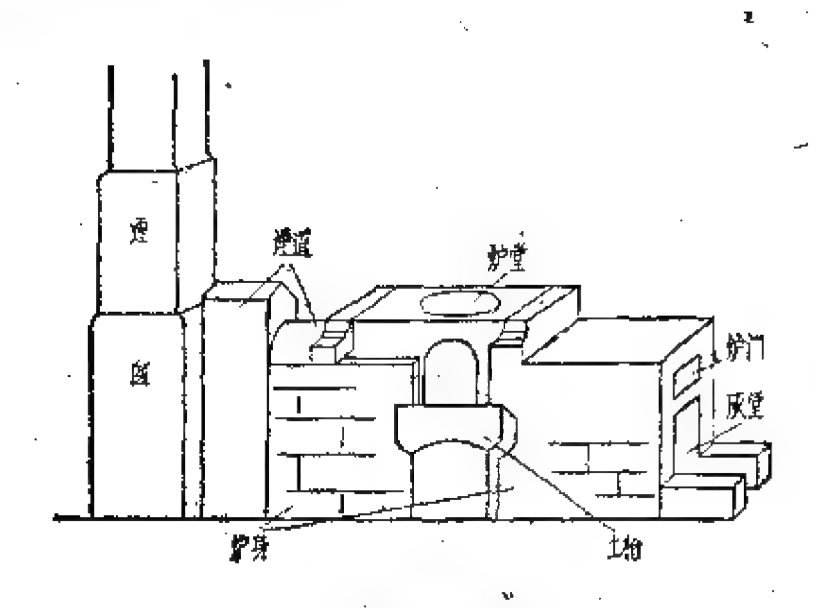
5. 若衣服燒着时，立即扑倒在地上，或用其它被服麻袋等蓋之，以隔絕空气，不得乱跑或用水来灭火。

6. 金屬鈉遇水会爆炸，放在空气中会自燃，故須貯存在煤油中，取出时使用干燥鉄鉗。

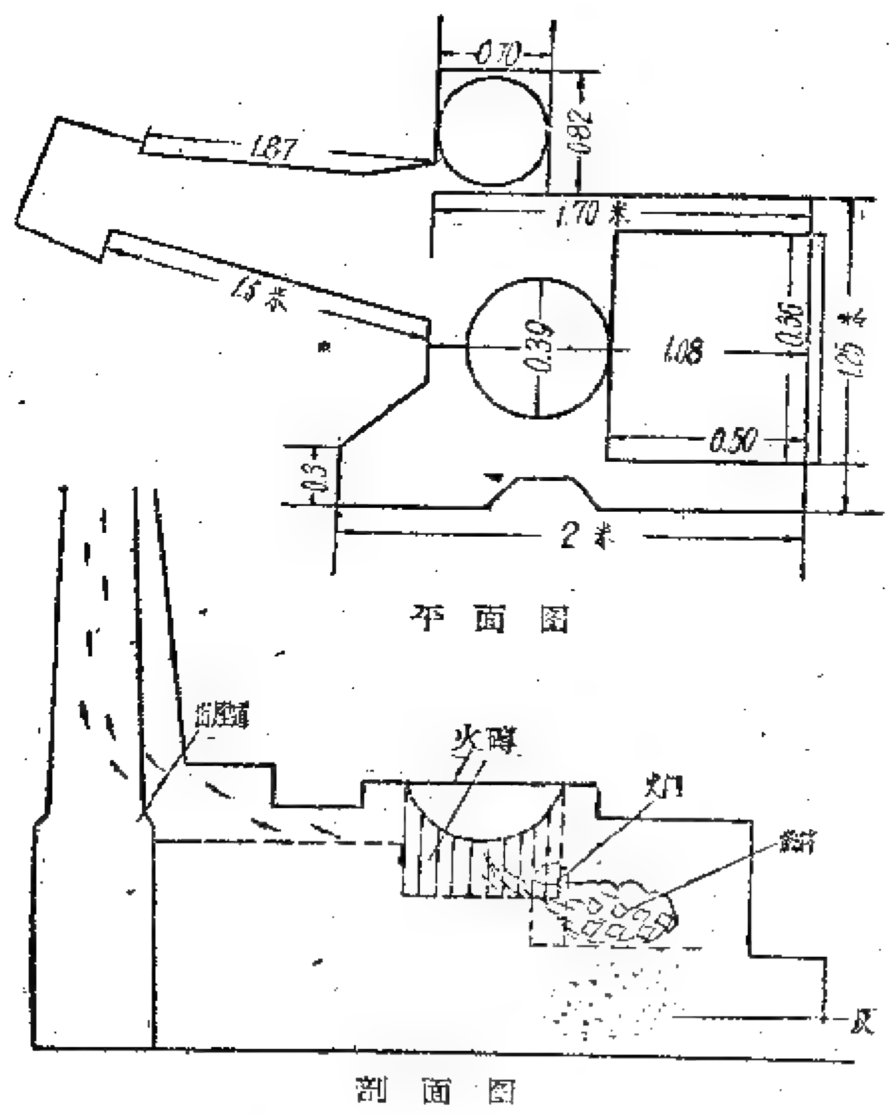
7. 发生爆鳴时，及时檢查漏气原因，用水玻璃与氧化鎂調和涂抹。必要时降温停止反应，加以檢查。

8. 謹愼小心遵照操作规程，发現問題及时彙报，或共同討論研究后，方得采取其他措施。

Ⅷ資料来源：集成藥厂

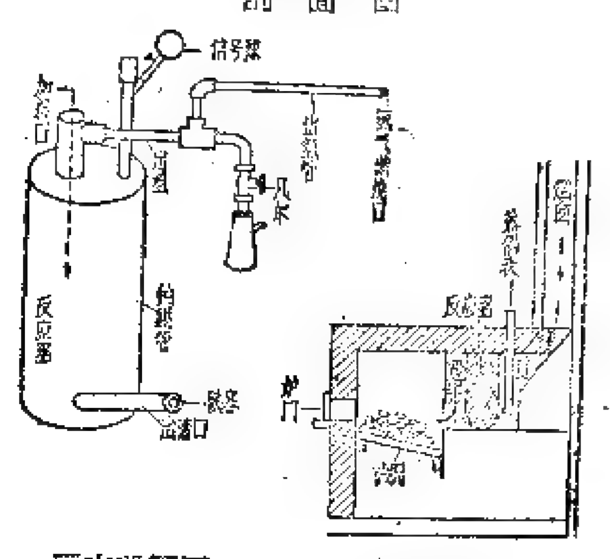


罐身模型图



平面图

剖面图



反应器简图　　加热炉简图

三 氯 乙 醛

一、緒言

三氯乙醛在工业上为农藥敌百虫、滴滴涕的原料和中間体，其精制品可供医疗上催眠、麻醉之用。

三氯乙醛为油狀液体，味微苦，熔点：—57.5°C。沸点98°C。比重1.512。折光率（20°C时）1.4557。与水相遇即发热而生成水合三氯乙醛（簡称水合氯醛）。

本設計采用上海泰华化工厂現行之生产方法，此法甚为簡便，設备均用玻璃瓶及陶瓷罐；且規模較小，宜于农村建立，以解决有机磷杀虫剂敌百虫之原料問題。

二、原料

1．产品年产量	三氯乙醛	2000公斤
2．主要原材料消耗	酒精（96%）	1400公斤
	硫酸（95%）	1250公斤
	氯气	5000公斤

＊硫酸消耗未計入回收量

三、需要人員与投資：

1．工作制度及操作人員

年工作日　　350天計

操作人員，每班2人，每天6人

操作为連續性三班生产制。

2. 技术經济

投資估算　　　　500元

产品成本　　　　5.0元/公斤

四、生产程序与方法:

1. 生产操作方法

①合成:

三氯乙醛的氯化反应可以簡略分为三个阶段，使整个反应在三个氯化器中进行，这样可以使氯气的損失可降低至最少限度。

最初操作时將（201）（203）（205）設备分别加入5公斤酒精，开水抽子抽气，一面將氯气通入合成瓶中（201），下边以煤火灶加热，溫度在80～90°C。大量未作用的氯气經迴流冷凝器（202）导入第二氯化器（203），溫度約在50～60°C，必要时可加热。在第二氯化器中逸出的氯气，再經迴流冷凝器（204）再导入第一氯化器（205），溫度約在20～30°C。多余的氯气及氯化氢气体經过緩冲空瓶（206）而入鹽酸吸收瓶（207），用水吸收为鹽酸，通气至氯气不再被合成瓶吸收（約三天）为止。然后取样测其液体比重。若为1.51～1.55表示反应完成得粗制品，送去蒸餾。然后將第二氯化器（203）中的半成品倒入合成瓶（201）中，將第一氯化器(205)倒入第二氯化器（203）中。在（205）中再加入新鮮酒精5公斤連續操作，以此类推，合成时間以测比重为准。

②蒸餾:

將粗品置蒸餾瓶中（208）加95%硫酸，其用量按粗品重量50%計算。裝置在煤火灶上加热进行蒸餾，收集93～98°C的餾分，即为三氯乙醛成品；93°C以下的餾分为水合氯醛、二氯乙醛等，可再通氯制三氯乙醛，98°C以上的餾分为含水較多的三氯乙醛等，可再回去蒸餾。

2. 安全措施及操作注意事項

①酒精为易燃物，应注意不得与明火直接接触。

②硫酸和三氯乙醛腐蝕性能很大，操作时宜着工作服，戴橡皮手套及防护眼鏡。

③氯气有强烈的刺激性，操作时应戴上口罩，避免吸入，损坏身体。

④通氯气前，先应檢查各橡皮管連接处各活塞有无漏气及堵塞情况。

3．安裝説明：

①合成瓶（201）及蒸餾瓶（208）加热用的煤火灶可用磚砌。玻璃合成瓶外用鉄鍋圍起，并以砂保温，容器底距火原約150公厘左右，应將爐門朝向牆边。

②第二氯化器（203）放置在鉄桶或缸中，周圍保温卽可，必要时亦可加热。

③第一氯化器（205）及鹽酸吸收瓶（207）均放在水浴內。

④設备之間的管道均以橡皮軟管連接。

⑤氯气在必要时須以热水保温。

4．其他：

①原料来源：氯气为一般燒硷厂副产品。酒精可用紅薯发酵取得。

②目前产品总收得率仅为75%，生产时可以改善操作条件（温度、設备型式……等）着手，以提高其收得率、縮短工艺流程、反应时間，达到降低成本。

③反应所产生少量鹽酸和蒸餾时未作用之硫酸，在可能的条件下給予回收精制。

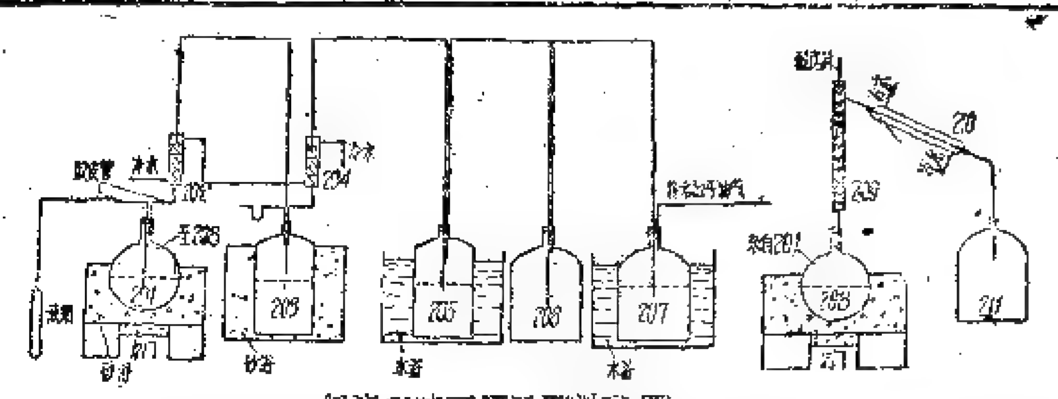
④为了使房屋空气流通，可在兩面无牆的棚房內，进行生产。

⑤布置可按照流程图，根据具体房屋安装。

五、資料来源： 上海化工医藥設計院

設备一覧表

設备编号	設备名称	数量	型式	尺寸	工作能力 公称	制造材料	操作条件	来源
201	合成瓶	4	圓底燒瓶		10升	玻璃	操作温度80～90°C	訂購
202	迴流冷凝器	4	球型亞式	外套管長800公厘	升	玻璃		訂購
203	第二氯化器	4	試液瓶		10升	玻璃		訂購
204	迴流冷凝器	4	球型		升	玻璃		訂購
205	第一氯化器	4	試液瓶		10升	玻璃		訂購
206	緩冲瓶	4	試液瓶		5升	玻璃		訂購
207	鹽酸吸收瓶	4	試液瓶		5升	玻璃		訂購
208	蒸餾瓶	1	圓底燒瓶		10	玻璃	操作温度93～98°C	訂購
209	分凝器	1				玻璃		訂購
210	冷凝器	1	直管型	外套管長800公厘		玻璃		訂購
211	成品瓶	2				玻璃		訂購
	温度計	5			0～150°C			訂購
	氯气鋼瓶	3						訂購
	水抽子	4						訂購
	膠皮管	50公尺		φ½				訂購



年产二吨三氯乙醛流程图

201合成瓶 202迴流冷凝器 203第二氯化器 204迴流冷凝器 205第一氯化器
206緩冲瓶 207鹽酸吸收瓶 208蒸餾瓶 209分凝器 210冷凝器 211成品瓶

α-氯乙醇制造簡介(6～8%水溶液)

一、緒言:

α-氯乙醇为有机合成的重要中間体，我厂为了改变哌嗶嗪生产路綫，以酒精脫水制成乙烯，由乙烯同氯气同时进入反应塔制成6～8%α-氯乙醇溶液，不經濃縮直接苛化制造氧乙烯，供生产乙醇胺使用。我厂設計主要依据医藥工业研究所中型試制报告。

二、操作步驟:

（1）化学反应式:

$$C_2H_5OH \xrightarrow[\text{接触剂}]{400°C} C_2H_4 + H_2O$$

$$Cl_2 + H_2O \longrightarrow HClO + HCl$$

$$HClO + C_2H_4 \longrightarrow C_2H_4OHCl$$

（2）乙烯的制造:

1. 先將 CO_2 从气化器通入至浮頂儲桶，約数分鐘。压力儲桶内以水注满（脫水爐内先加接触剂）。

2. 开气化器蒸汽。开电热爐，使爐温达400°C。

3. 酒精自高位槽加入气化器，乙烯經冷却分离水后，进入浮頂儲桶。

4. 浮頂儲桶内乙烯用压縮泵压至压力儲桶备用。酒精流速为30升/小时。

（3）氯乙醇之制造

1. 开車前先在氯化塔内注满热水約60°C，然后开入乙烯(流速12立方公尺/小时）再开入氯气（10立方公尺/小时）。

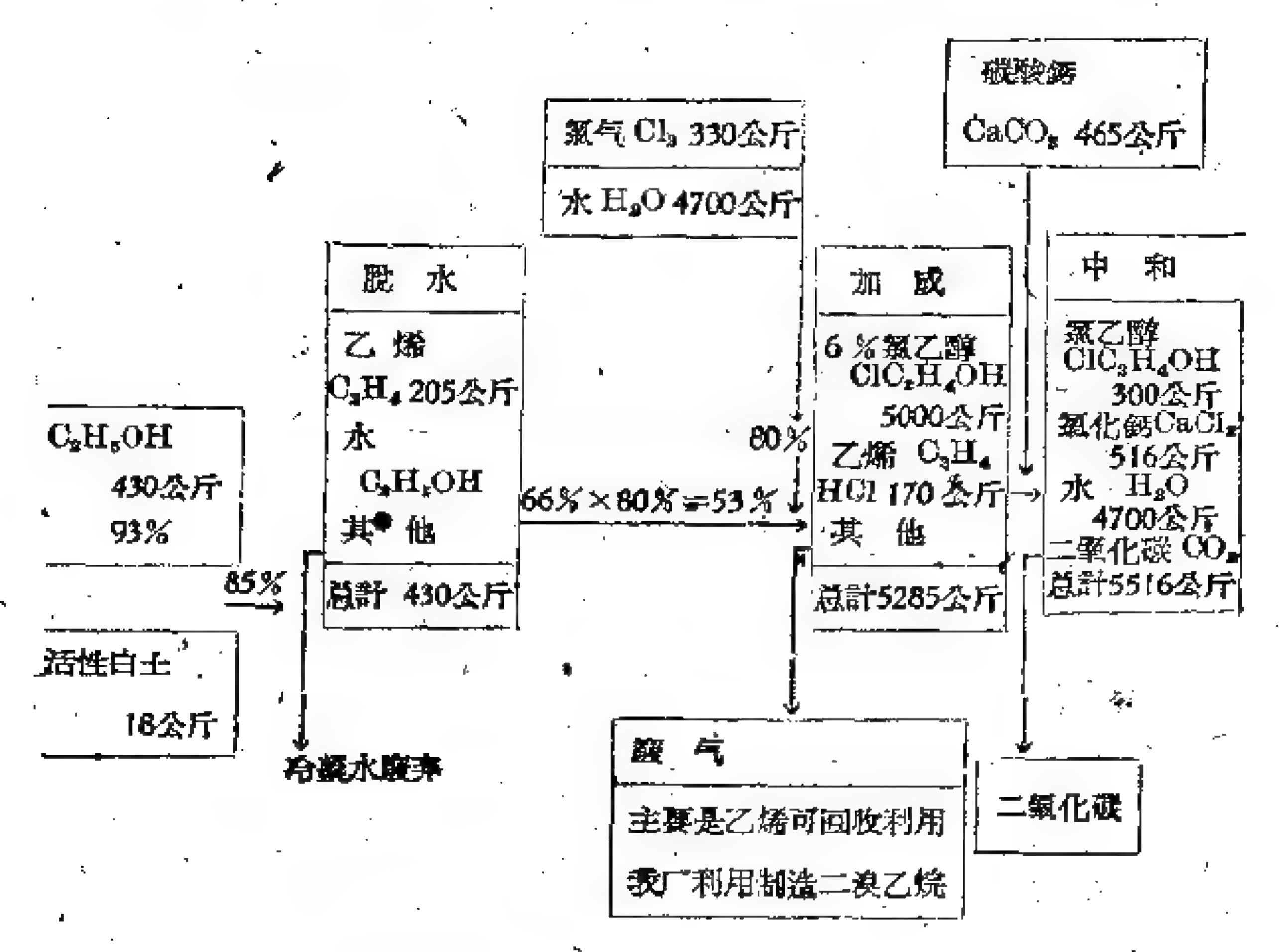
2. 約2小时后，开入自来水（500升/小时），氯乙醇自塔頂經廢气分离器流入木桶，以碳酸鈣中和之。

3. 停車时先关水，再关氯，最后关乙烯。

三、設备情况說明：

原定一只乙烯发生器，反应塔高为7公尺，生产能力为300公斤/24小时（折合100%計算），今反应后，廢气中乙烯加以利用，并增加一只乙烯发生器，將反应塔加高至10公尺，可提高产量为1000公斤/24小时，为了便于說明將原先設計情况分述于后。

1. 物料平衡：



2. 單元設計情况：

（1）酒精高位槽，以50介侖酒精桶二只改制，酒精由貯桶經泵打入高位槽。

(2)酒精計量瓶，用玻璃瓶改制。

(3)酒精气化器，蒸发量每小时18公斤，利用水汀夹套加热，酒精沿内壁滴入，气化后經出气管导入酒精蒸气預热管，蒸盖上裝一安全防爆片。在夹套水汀压力增至3公斤/公分^{2}时，蒸发量可达30公斤/小时。

(4)乙烯发生器：本器由5吋标准鋼管制成，高100吋，触媒容积30升，可置活性白土球18公斤，酒精流速为1（即每小时与單位接触剂容积滴入酒精之容积比較表之）。如需提高产量可加快酒精流速，但白土需勤加掉换。目前使用36瓩电热絲加热，絲粗細为16号綫。以后可改用煤加热。酒精蒸气預热管以2吋标准管20呎，繞置于电热綫的外圈。利用余热加热，高溫計三只，分插乙烯发生器上、中、下三部。

(5)水淋冷却器：冷却面5.8平方公尺，1吋管72公尺，耗水量約2000公斤/小时。

(6)气液分离器一只，附冷凝液比重窺視管一支。

(7)浮頂儲气桶3公厘鉄板制，直徑1400公厘，高1500公厘，外套木桶盛水，作水封用。

(8)压縮泵一套，气量10立方公尺/小时，动率1.5匹馬力以上。

(9)压縮气体冷却器为蛇形冷却管。

(10)乙烯压力貯槽，壁厚7.3公厘，直徑1200公厘，高1800公厘。

容积1.8立方公尺，工作压力4公斤/平方公分。

(11)气体流量計2只，自制銳孔流量計，管徑25公厘，銳孔4公厘。

(12)氯乙醇反应塔，为陶器直徑500公厘，高7000公厘，花崗石底座。为連續生产上附溢流管，流出液流入中和木桶。廢气則导入廢气桶。

(13)中和木桶2只，每只容积5噸。

(14)廢气桶一只，同浮頂貯气桶一样大小。

四、主要設备及材料：

設备： 1．压縮泵一套，連馬达。

2．大木桶4桶。

3．1½K型泵，連馬达2套。

材料：鋼板： 9公厘 1500公斤

6公厘 200公斤

3公厘 500公斤

管子：无縫管 5吋 2.5公尺

2吋 7公尺

黑鉄管 1½吋 50公尺

1吋 100公尺

½吋 70公尺

聚氯乙烯管 1吋 120公尺

紫銅管 ⅜吋 10公尺

型鋼約 1000公斤

陶塔耐酸膠合剂，酚醛膠泥或輝綠岩矽酸鹽膠合泥。

五、原材料規格及消耗定額：

名称	規格	單位耗用量
酒精	93%以上	1.1公斤
液氯	99%	1.3公斤
活性陶土		0.05公斤
碳酸鈣	工业用	0.8公斤

六、劳动力：	人数	班次	共計人数
乙烯制造	1	3	3
氯乙醇制造	2	3	6

七、操作注意事項：

(1)乙烯部分：开車前必須以CO_2等惰性气驅除空气，避免爆

炸。

（2）脱水温度根据接触剂不同，有所上下。

（3）氯化时乙烯必須过量，否則影响收得率。

（4）氯乙醇濃度不可超过8％，否則降低收得率。

（5）接触剂：系將活性陶土，用水調潮，成为2～3公分方形小块或球形后，將它在日光下晒干，或烘干，經500℃高温处理，方可应用。我厂所用陶土为浙江余姚产。

其他如用NH_3与明矾制成的氧化鋁做接触剂，收得率可达95％。

八、資料来源：五洲藥厂

土法生产氯乙酸乙酯

一、成品性狀：为无色液体。比重 1.06（20/4°C）。

沸点 206～208 °C。熔点 22.5 °C。

折光率 1.41751（20°C）

能溶于醇及醚，微溶于水。

二、用途：有机物合成、医藥、染料。

三、原料：氯乙酸、純碱、氰化鈉、鹽酸、酒精（95%）、酒精（98%以上），硫酸（98%），苯。

四、設备說明：

1．氯化：用旧的鉄鍋，但需具有夾层，可用冷热火循环激冷，上具攪拌器。

2．硫酸甏：

普通的硫酸甏，但应选擇口較圓的，防止漏气，使用前先檢查一下，是否滲漏。

3．滤桶：

因为过滤物帶有酸性，所以要用陶質滤桶。

4．酯化鍋：

因反应物具有强烈酸性，所以用的是搪玻璃反应鍋。

5．真空蒸餾桶：

是利用旧的不銹鋼氧气桶，下面直接用火加热。

五、生产流程图（附后）：

六、生产方法：

称取氯乙酸加等量水使溶解，逐漸加入計算量的純碱使呈中性。另外称取氰化鈉，使溶于 1.5 倍的水中。在 50 °C 时將上述二液相

混攪拌，作用猛烈发生，急用冰块降温，不使超过100°C。加入鹽酸使呈强酸性。抽入硫酸甕內进行减压脱水。濾去无机鹽后，加入95%酒精进行第二次脱水。脱水完毕后，加入計算量的酒精硫酸混合液，进行酯化。反应5小时后蒸去过量的酒精。在常温时，加入飽和的純碱液中和之，即有酯层分出。分去上层的酯层。下层液体，再加入苯提取之，合并分出的酯及苯液。用无水硫酸鈉脱水过夜。翌日进行眞空蒸餾，集取1050公厘眞空阶段的餾出物，即为氰乙酸乙酯。

$$2ClCH_2COOH + Na_2CO_3 \longrightarrow 2ClCH_2COONa + H_2O + CO_2\uparrow$$

$$ClCH_2COONa + NaCN \longrightarrow CNCH_2COONa + NaCl$$

$$CNCH_2COONa + HCl \longrightarrow CNCH_2COOH + NaCl$$

$$CNCH_2COOH + C_2H_5OH \xrightarrow{H_2SO_4} CNCH_2COOC_2H_5 + H_2O$$

投料

氯乙酸	2300公斤
純　碱	1600公斤
氰化鈉	13.60公斤
鹽　酸	30.40公斤
酒　精（95%）	46.00公斤
酒　精（98%以上）	37.00公斤
硫　酸（98%）	5.10公斤
苯	8.00公斤

七、产率及質量：

在小样試制时，得率可达75%（从氯乙酸計算），但是投入大量生产以来，由于設备尙系初次使用，还不能象做小样时那样熟練，因此得率仅在55%左右。估計今后在逐步熟練下，是可以提高的。

在質量方面，本品系中間品所以仅測定其含量，一般在90%以

上，也有超过95%者。

八、劳动力：

現在是16人，如果今后地方集中，尚能有潛力，可以发揮。

九、注意事項及存在問題：

（1）注意事項：

1．氯乙酸加純碱中和时温度不宜高，一般在30℃左右。

2．氰化鈉溶解后，不宜放置太久，防止破坏，一般是不超过3小时。

3．氰化时反应十分剧烈，有冲起来的現象。在剛要开始冲起来的时候（温度約90℃以上），立即用水降温。

4．脫水温度，文献上記載不得超过75℃，但是发現在85℃时脫水也沒有多大关系，但脫水一定要脫得尽，否則对酯化有很大影响。

5．酯化前应先將計算量的硫酸和酒精（无水）在低温时混好，然后加入酯化。

6．分出的废液中，一定要用苯提取，約有10％可提出。

（2）存在問題：

1．原料氯乙酸含杂質較多，投料前必須重新蒸餾过，而氯乙酸是强烈的腐蝕藥物，不能用鉄鍋或其他金屬鍋，目前只能用玻璃瓶蒸；数量受到限制。

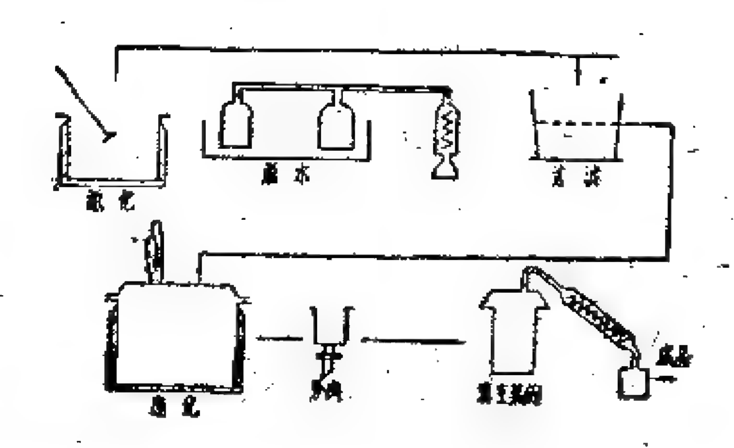
2．硫酸甕、玻璃冷凝管、橡皮管、抽气瓶等供应困难，目前用的都是旧的，現在旧的也用完了，再扩大生产时就有困难。

十、土法生产氰乙酸乙酯的主要特点：

氰乙酸乙酯的生产过程中，由于要使用大量的氰化鈉（山奈）酸性減压脫水及真空蒸餾等的手續，所以設备要求較严，必須要良好的通风設备，耐酸压反应鍋及高度真空泵。在目前物資供应紧張的情况下，要具备上列設备是很困难的，在大跃进的今天，虽然是存在上述的困难，但是氰乙酸乙酯还是要生产。在工人阶級的面前，

任何困难都能克服，我們就是用硫酸罈代替耐酸反应鍋，用旧的氧气桶代替真空蒸餾鍋，設备簡單而节約，容易做到，而生产出的氰乙酸乙酯，質量完全合乎規格。另外一方面在化整为零的情况下，原来最慢的脫水工序的每一批号要脫水60小时左右，現在基本上24小时就可以脫水完毕，大大縮短了工时，从而也减少脫水时間內的破坏作用，对得率有帮助。

十一、工艺流程及設备布置：



十二、資料来源：信誼藥厂

一 氯 醋 酸

一、化学反应式:

$$CH_3COOH + Cl_2 \xrightarrow{S} CH_2ClCOOH + HCl$$

冰醋酸　　氯　硫磺　　一氯醋酸　　氯化氢

分子量:　60　　35.5×2　　94.4　　36.5

二、性狀: 本品为无色或淡棕色結晶，潮解性极强，对皮肤有腐蝕性，溶点61～61.7℃，沸点186～191℃，能溶于水、醇及醚中。

三、原料规格及性能:

1. 冰醋酸: 比重1.0553，沸点117～118℃，含量99%以上，液体，酸性較强，在15℃以下即結晶，应用时注意切勿濺在眼睛及皮肤，否則即用水洗滌。

2. 液氯: 純粹，熔点102℃，沸点336℃，在鋼瓶中係液化狀态，在空气中係黃色气体，刺激气管，引起激烈咳嗽。

3. 硫磺: 比重1.9556，熔点約120℃；非晶体硬块，在无液体存在时255℃即着火引起燃燒。

四、生产方法:

投料: 冰醋酸12公斤，液氯23公斤，赤磷0.51公斤。

操作过程:

①秤取赤磷0.51公斤，放在一鉛桶內，加冰醋酸1公斤，攪和后倒入15升圓底燒瓶中，若鉛桶中尙有少量赤磷，应再秤取1公斤冰醋酸攪和后倒入瓶中，然后加冰醋酸10公斤，使成12公斤，把瓶輕輕的放入水浴中，鍋底襯麻袋一块，用橡皮塞塞住，上連接橡皮管。

②檢查設备上全部接口，有否漏气，开启水汀凡尔，加热至水浴內的水至沸腾97～100°C，此时冷凝管上有醋酸迴流現象，緩緩开启液氯，最初宜开得較慢，作用1小时后，可以开得大些，但不宜过大，不致使氯气浪費，如冷凝管发热可开自来水冷却，待作用15小时后，注意其冷凝管迴流現象，待至20小时前，檢查迴流現象已經沒有或非常慢，那时停止通氯，关閉氯气閥、水汀閥、冷却水閥。帶防毒面具及手套，揭开橡皮塞，用玻璃管取样少許，浸在冷水中1～2分鐘，是否已有結晶。同时可取出燒瓶，秤其重量是否已經增加1.4～1.5倍，否則应重行通氯。如发現瓶頸已充滿黃色气体，也可抽样試驗。

如作用已經完毕，即可进行蒸餾，戴上防毒面具及手套橡皮罩，輕輕的放于沙浴上，四周鋪沙，加火燒热，在到180°C前的餾出物，分置容器，以待下次作原料混用。待温度升至180°C以上时，收集即得成品。燒瓶蒸餾下脚，不可蒸干，否則容易燃燒，下脚合并后重行蒸餾一次。

硫磺如不变色，仍旧可以应用，但加新硫磺每料只要加0.38公斤，变色或糊狀，切勿再用。

蒸出的低沸点，以作原料应用，每瓶加2公斤，不得多加。

五、安全操作規程：

1．开启硫磺听子时，不可使用凿子凿，应用开听刀緩緩开启，不使发生火花，否則会引起燃燒。

2．秤取硫磺后，应与一公斤冰醋酸混和后，然后倒入燒瓶中，秤料时应戴口罩、面罩及橡皮罩。

3．緩緩放入水浴內，檢查通气管有否堵塞，否則应疏通之。

4．檢查各項橡皮接头处有否硬化和破裂，否則应掉換，掉換时須戴上手套。

5．戴上防毒面具，緩緩开动氯气閥及小凡而，用氨水檢查有否漏气。如有漏气应立即修理。

6. 注意回气管有否堵塞，戴上防毒面具用氨水检查，直至不漏气为止。

7. 迴气鹽酸每天掉換一次，規定早班掉換。

8. 檢查成品是否作用完全时，均应戴防毒面具。

9. 如作用完毕后，取出及蒸溜时应小心，同时应戴口罩、橡皮手套、橡皮罩及橡皮套鞋。

10. 蒸餾时切勿蒸干，否則引起火灾。

11. 玻璃瓶、玻璃管取用及安放，須輕手輕脚，否則容易破碎。

12. 蒸餾时应注意，勿使空气冷凝管堵塞，否則引起爆裂。

13. 氯气鋼瓶用完后，均应盖紧，并安放在干燥处。

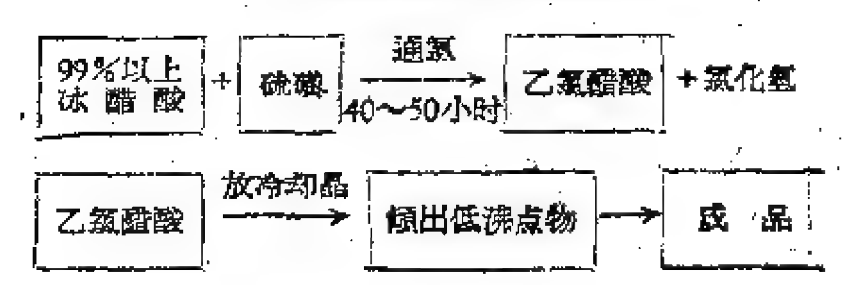
14. 时常检查玻璃管有否破裂現象，否則应立即掉換。

15. 有压力的設备如鍋爐、氯气瓶均勿用工具撞击，以防爆炸。

16. 硫磺燃燒时，应用黄沙盖沒，或用水熄灭。

資料来源：九福藥厂

一氯醋酸生产流程图



主要設备:

1. 200公升耐酸甏（作反应鍋）
2. 氯气鋼瓶（貯藏液氯用）
3. 150°C温度計
4. 各种大小玻璃管及橡皮管
5. 球形冷凝管及迴流用二口瓶
6. 小泵浦

原材料消耗定額:

1公斤冰醋酸消耗氯气1.5公斤、硫黄0.1公斤、成品收得量为1.22公斤

用途:

有机物合成及医藥上应用，又为鷄眼除去剂

乙 酰 丙 酮

一、产品名称： 乙酰丙酮（acetyl acetone）

二、化学式： $CH_3COCH_2COCH_3$　　分子量100.11

三、性狀： 易流动之无色液体，受光綫作用易变棕色而成树脂狀物。有特臭，易燃，与空气混合濃度达1.5～8%具有爆炸性。

四、用途： 为制造磺胺双甲基嘧啶及醋酸纖維之溶剂等用途。

五、原材料規格及耗用定額：

名　　称	規　　格	分子量比	水分	用料（公斤）	每公斤消耗定額
金屬钠 Na	工业用98%以上	1	无	2.3	0.8 公斤
无水乙醇 C_2H_5OH	99.5%以上，含水不得超过0.3%	1.1	0.35%	5.0	1.8 ”
乙酸乙酯 $CH_3COOC_2H_5$	含水量不得超过0.3%	3.6	0.29%	31.6	3.3 ”
丙酮 CH_3COCH_3	含水量不得超过0.3%	1	0.34%	5.8	1.9 ”
甲苯 $C_6H_5—CH_3$	工业用含水量在0.1%以下	1	0.10%	9.2	0.7 ” 回收80%
氯仿 $CHCl_3$	工业用			30公斤	1.0 ” 回收90%
硫酸				約5.0	1.3 ”

以上平均水份含量为0.26%，但要求平均水分不得超过0.20%。

六、主要設备：

1．100升隔层鉄制反应鍋一只，上附錨式攪拌机轉速120～130轉/秒附分餾塔迴流冷凝設备。

2．30升玻璃圓底燒瓶，附分餾器、油浴、真空泵、冷凝器及温度計、压力表。

七、生产方法：

(Ⅰ)生产前准备工作

1. 丙酮以无水 Na_2SO_4 脱水 8～12 小时，过滤后蒸馏之。

2. 乙酸乙酯以 $CaCl_2$ 脱水（100～15克/升）两天后（时常振摇），过滤后，蒸馏之。

3. 甲苯以鈉脱水 8 小时后蒸餾之。

(Ⅱ)化学反应式

$$C_2H_5OH + Na \xrightarrow{甲苯} C_2H_5ONa + \tfrac{1}{2}H_2\uparrow$$

$$C_2H_5ONa + CH_3COOC_2H_5 \longrightarrow CH_3C(ONa)(OC_2H_5)(OC_2H_5)$$

$$CH_3C(ONa)(OC_2H_5)(OC_2H_5) + CH_3COOH_3 \longrightarrow CH_3C(ONa){=}CHCOCH_3 + 2C_2H_5OH$$

$$CH_3C(ONa){=}CHCOCH_3 + H_2SO_4 \xrightarrow{水解} CH_3COCH_2COCH_3 + Na_2SO_4\downarrow$$

八、操作过程：

(Ⅰ)从金屬鈉制乙醇鈉做起：金屬鈉击碎，秤取甲苯 9.2 公斤傾入反应鍋中，再將块狀金屬鈉 2.3 公斤（去氧化物）投入后，將反应鍋密閉，通入少量氮气（应通至室外），加温至 110°C，保温 40 分鐘，开始攪拌。20 分鐘后，一面繼續攪拌，一面任其自然冷却至 95°C，停止攪拌，再冷至 70°C 为止。

乙醇鈉制备：当反应鍋温度降至 70°C 时，一面通入氮气，一面滴加无水乙醇 5 公斤，保温在 70°C 左右約須1¾小时。加毕后升高温度至 70～75°C。迴流 5 小时，停止通氮，繼續反应共 10 小时，再加温至 95～100°C，反应 2 小时完毕，減压回收甲苯与乙醇，得乙醇鈉为黄色粉狀物。

乙酰丙酮鈉鹽制备　当乙醇鈉冷却至20°C时，一次加入乙酸乙酯14公斤，立即繼續滴加乙酸乙酯17.6公斤与丙酮5.8公斤之混合液，保持温度在30～35°C之間，約3小时。加毕后繼續維持温度在30～35°C之間，反应3小时，再加温至65～75°C，迴流5小时。作用完毕，减压收回溶剂至全部蒸出。

乙酰丙酮之制备　俟乙酰丙酮冷却后將反应鍋打开，加水10升，再加冰块，使温度不超过10°C，同时加入20% H_2SO_4 溶液約20,000毫升，使溶液之pH由13降至5，立即加氯仿100升萃取2～3次，至溶液加10%醋酸銅試液不产生沉淀。合并氯仿液用无水硫酸鈉，干燥24小时，并注意随时搖动。

乙酰丙酮之分餾　將已干燥之氯仿溶液，濾去硫酸鈉，先在30升分餾器中减压，粗餾后，再在有分餾柱的裝置中先分餾出氯仿及氯仿混合液后，收集130～141°C之餾液，約可得成品3～4公斤。

（Ⅱ）从乙醇鈉醇溶液做起：

由金屬鈉制备乙醇鈉比較危險，市場有乙醇鈉醇溶液，可以应用。操作方法如下：

乙醇鈉醇溶液之去醇　称取16%乙醇鈉醇溶液42.5公斤，傾入反应鍋內，减压蒸餾（温度約80°C左右），餾去乙醇31公斤后，一次加入純苯20公斤，保温在80～100°C，迴流4小时，然后分餾出苯与乙醇之共沸液。当收集得10公斤后，同时再加純苯15公斤，保持流速与餾出速度相同。当分餾至沸点达80°C后，可减压蒸餾至溶剂全部蒸出即得黃色粉狀之乙醇鈉。冷至20°C后，加乙酸乙酯与丙酮，其他方法与上述相同，得率相等。

九、含量測定：

精密吸取本品1毫升于200毫升容量瓶中，加水溶解，并加水至200毫升刻度，和匀，正確取5毫升于250毫升碘瓶中加5毫升10% NaOH溶液，再准確加入 $N/10$ 碘液25毫升随加随搖（此时析出淡黃色碘仿沉淀）。放置20分鐘，加10毫升10%硫酸溶液，

析出之碘用 $N/10\ Na_2S_2O_3$ 滴定。將近終点时，加淀粉試液为指示剂，再滴至藍色消退即得。并作空白以对照之。每毫升 $N/10\ I_2$ 相当0.001669克 $C_5H_8O_2$。

十、注意事項：

（1）原料的含水量：在反应中都不能有水存在，乙醇鈉的反应中，如果有水則要分解为 NaOH，一方面減低了轉化率，另一方面当乙酸乙酯与乙醇鈉有水存在时成为醋酸鈉，影响产品得率。所以对原料的含水量，要很好控制。

（2）加料时的溫度在加乙酸乙酯与丙酮混合液时为放热反应，与加料的速度有关。如果溫度过高，要产生高沸点的乙酰乙酸乙酯。在加冰和加酸时溫度亦不应太高。萃取时間不宜过長，否則乙酰丙酮与水共存时，易分解为乙酸乙酯和丙酮。

（3）原料的純度：乙酸乙酯一般都含有乙醇，对反应不利。同时有杂酯存在时，不起反应作用。

（4）萃取氯仿液的干燥：在分餾前，一定要干燥得很好，否則在分餾时容易分解，影响質量。

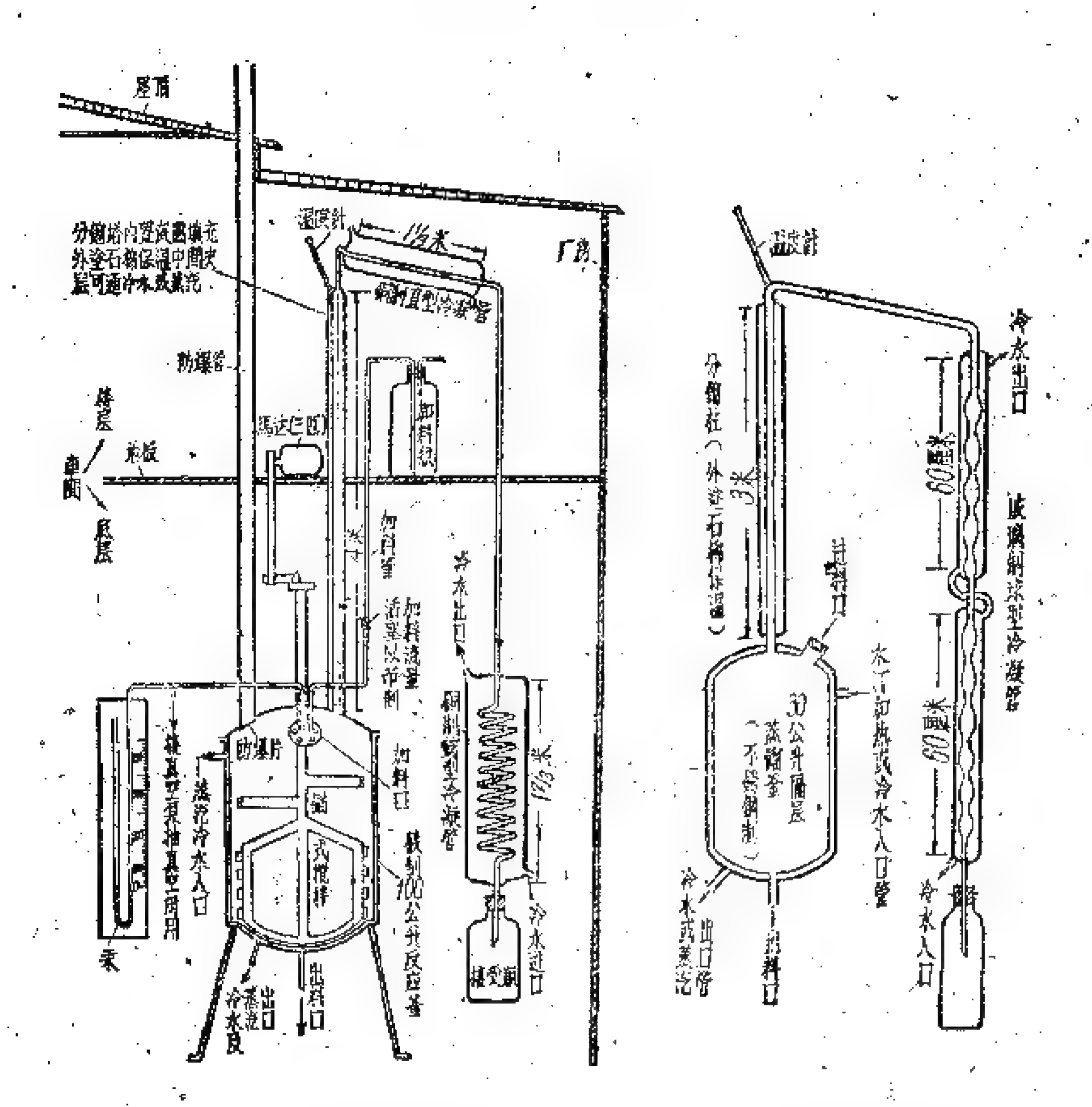
（5）回收原料的处理：回收的甲苯內含有少量的乙醇。測定其含醇量后，可以作为重复投料。在投金屬鈉时要适当掌握其速度即可。但对回收的乙酸乙酯来講問題是比較大些。如果有乙酸乙酯車間配合，將回收乙酯，重行酯化是比較理想的办法。

（6）設备的干燥問題：整个的反应过程是忌水的，所以事先必需將反应鍋烘干，同时避免与空气中之潮气接触。在开口的地方均須加氯化鈣干燥管。

（7）操作的安全問題：金屬鈉是一級危險品。遇水会爆炸。丙酮乙醇、乙酸乙酯等都是易燃的，所以車間內水和火都不可近。同时車間要有良好的通风設备和必要的防火設备。

十一、資料来源：集成藥厂

制造乙酰丙酮主要设备



图一、反应釜及其附件設备

图二、分餾設备裝置

α-萘 乙 酸

一、成品性狀：

乳白色結晶粉末。熔点 124～126°C。微溶于水。溶于沸水。

二、用途：

植物生長刺激剂。

三、原料：

精萘：熔点80.05°C。沸点217.96～218°C。白色結晶片狀，有樟脑气。

一氯醋酸：溶点61～61.7°C。沸点186～191°C。无色或淡棕色結晶，潮解性极强，对皮肤有腐蝕性。

溴化鉀：工业用規格卽可，在反应中为催化剂。

氧化鉄：最好用分析試剂，在反应中亦为催化剂。

燒碱：工业用規格。

鹽酸：工业用規格。

四、設备：

圓底燒瓶：25,000毫升硬質料。

玻璃管：3公分口徑，4公尺長。

温度計：250～300°C。

沙浴鍋：用鉄鍋，大小以能容納燒瓶，并周圍寬余2～4寸为度。

爐灶：一般土磚所砌爐灶。

陶瓷缸：200 升容积二只。

过濾布袋：用龙头細布制成。

五、生产流程图：（見85頁）

另附图。

六、生产方法:

1. 取精萘16公斤，一氯醋酸5公斤，氧化鉄37公分，溴化鉀250公分，分别放入25升圓底燒瓶中。瓶口用橡皮塞塞住。塞上放一支250～300°C温度計，及3公分口徑，4公尺長之玻璃管一支。在沙浴上緩緩加热，使其熔融，待熔融完毕后，將温度逐漸上升至190～200°C，作用11小时，再升温至218°C，作用11小时（注意掌握温度勿太高或太低，并注意迴流勿太急，以防冲出玻管）。反应完毕后，去火，待温度降至180～200°C左右，將溶液倒入預先放有20升9～10%燒碱液及水60升的缸中。隨倒隨攪拌，过濾，殘渣再用9～10%燒碱14升及水50升加热洗滌（最好蒸气加热，否則可將燒碱預热后加入，过濾，濾液并入第一次濾液，然后用10%鹽酸中和至油狀物全部析出，而α萘乙酸尚未結出。此时pH約为5.5～6.0左右，过濾，濾去油狀物(留存以后处理)，濾液再加10%鹽酸酸化，試驗至无白色結晶析出为止。濾取結晶，干燥卽得粗制品。

2. 將粗制品加于70～80倍沸水中，使之完全溶解，加1%活性炭脫色（按粗制品投入量計算），趁热过濾，冷后析出結晶，濾取結晶干燥卽得成品。母液可留供下次精制用。

3. 油狀物之处理:

秤取油狀物，每1公斤加沸水70～80倍，使之溶解，趁热过濾，冷后卽析出白色α萘乙酸。濾取α萘乙酸，并干燥之卽得油狀物，如是可提取8～9次卽可弃去。

七、注意事項及存在問題:

1. 一氯醋酸，鹽酸，燒碱均有腐蝕性。操作时要戴橡皮手套等保护用具。

2. 反应瓶四周不可濺着冷水，否則燒瓶易破裂。

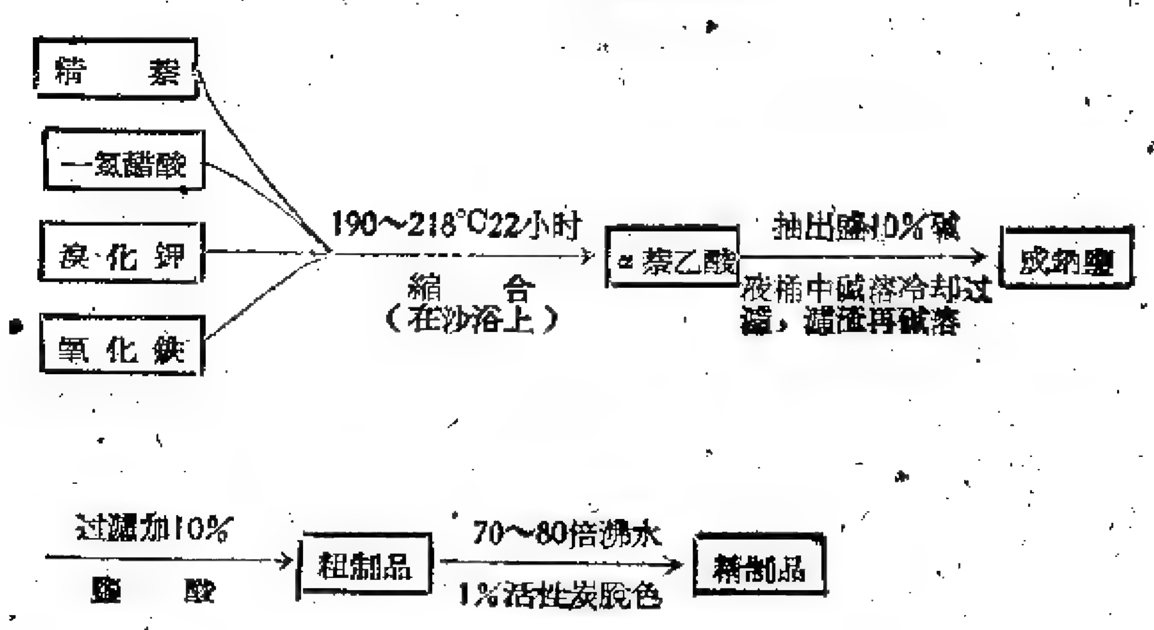
3. 放料时应戴口罩及面罩。

4．开始熔融后，如砂浴上冒烟，应即停止火种，檢查以免发生火灾。

5．反应燒瓶可同时安裝若干套，进行生产。

八、資料来源：九福藥厂

生产流程图



双三氯乙醛代脲

一、成品性狀：

白色結晶性粉末不溶于水，能溶于醇及醚。熔点 194～196°C

二、用途：

除莠剂，用于潤叶植物，如蕃茄、甜菜、棉花、飼料作物等，特别用于棉田中耕后的除杂草，对單子叶植物不宜使用。

三、原料：

三氯乙醛	工业用規格
脲　素	工业用規格

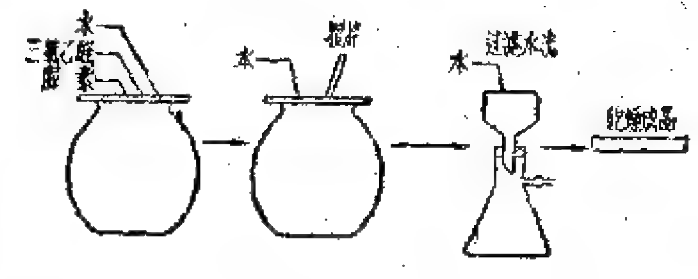
四、設备：

陶瓷缸　二只

烘盆若干

过濾多孔漏斗　一只

五、生产流程：（見图）



六、生产方法：

取三氯乙醛 148 克（約 1 克分子）加入已搗碎的脲素29克（約 0.48 克分子），此时混合物成透明溶液，再加入 20 毫升水，并急速攪拌（注意容器要大，以免反应过剧而溢出缸外）。反应完毕后加水攪拌，然后过濾并水洗結晶。濾取結晶在 100°C 烘干即得成品。

另法取水合氯醛与脲素作用，借助加热也可生成双三氯乙醛代脲。

七、料資来源： 上海医藥采購供应站附屬藥厂

土法制造活性炭

一、原材料規格:

(一)木屑：应該用純一种类的木屑，最好用杉木屑，应干燥并經过米篩篩过，水份以不超过25%为宜。

(二)氯化鋅：工业用。

(三)鹽酸：工业用，濃度不低于3%。

二、成品規格:

(一)酸度：取3克試祥，加60毫升水，煮沸5分鐘，放冷稀釋到60毫升，过濾，濾液以石蕊試紙試験应为中性反应。

(二)灰份：不超过4%。

(三)酸中溶解物：不超过3.5%。

(四)脫色力：对蔗糖溶液的脫色能力应相当于厂內暫訂标准（荷蘭貨NORIT S.U.18）。

(五)氯化物：不超过0.3%。

三、消耗定額及成本:

(一)木屑　4公斤　單价每公斤 0.04元

(二)氯化鋅　1公斤　單价每公斤 2.00元

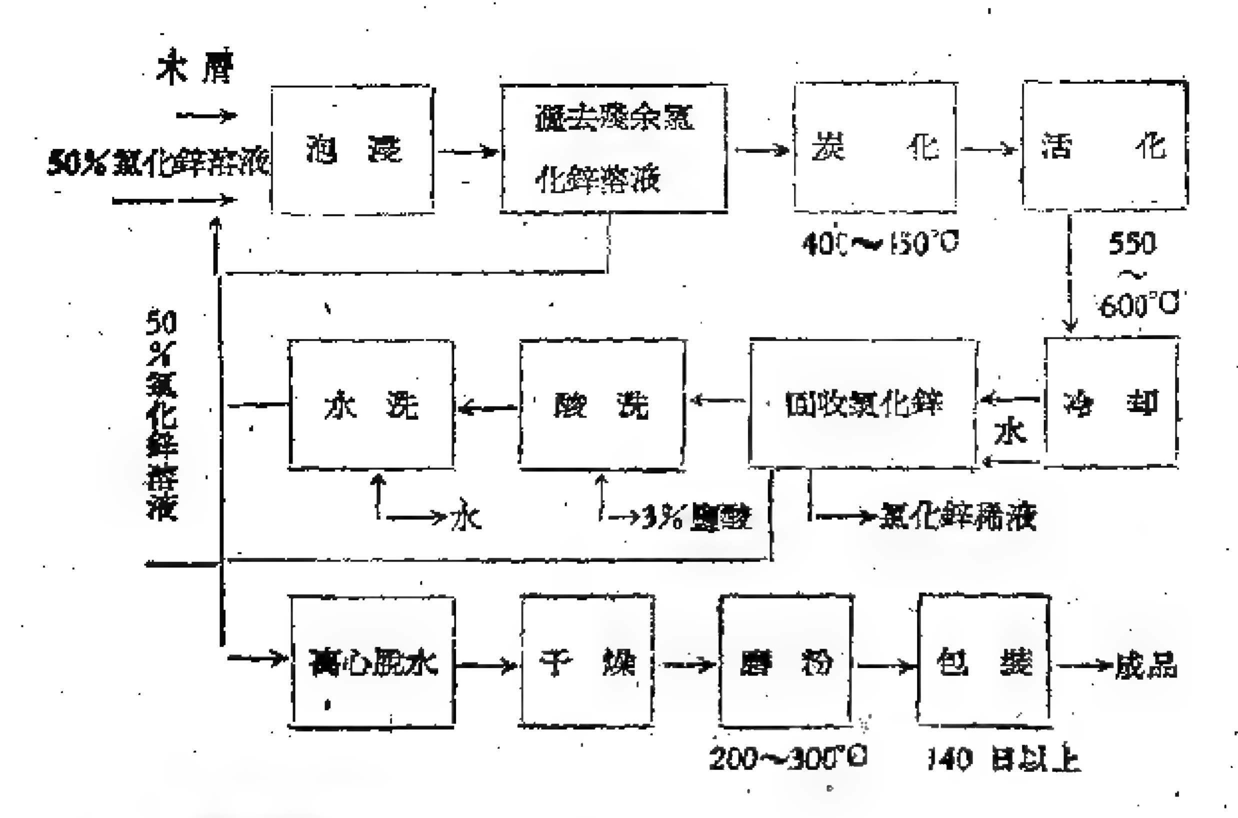
(三)鹽酸　0.5公斤　單价每公斤 0.17元

(四)煤　10公斤　單价每公斤 0.0375元

（其他及人工未計在內）

四、設备及生产过程:

(一)生产流程



(二)操作要求:

取100公斤經过篩的干木屑放于缸中，加500公斤50%的氯化鋅溶液，調勻，泡浸15～20小时。若上层木屑沒有被氯化鋅溶液泡浸到，則应多加氯化鋅，使木屑完全浸在氯化鋅中。

泡浸完毕后，以淘米籮將殘余氯化鋅溶液漏干（淘米籮应放在缸中，以免氯化鋅溶液流失），濾干时間約1小时以上。

將濾干后的木屑放在炭化爐上炒到完全炭化，該时木屑已完全变黑，并很松碎，同时蒸出水汽及其他烟气已逐漸減少，烟已成为一朵一朵的形狀。

炭化毕后立即放入活化爐中，加热到500～600°C，最好保持在550～600°C，当溫度到达500°C时，活化卽算开始，活化桶不斷旋轉，每分鐘約15～20轉，活化时間为20分鐘。

活化完毕后卽將活化桶提出爐外，稍冷后將桶中活性桶傾入冷却桶或缸中，冷后，卽进行洗滌。

洗滌分为兩阶段，第一阶段为氯化鋅的回收，卽將未达到50%

的稀氯化鋅溶液来浸洗已經活化后的活性炭，使稀氯化鋅溶液达到50%濃度，送回泡浸工序繼續使用，再以較稀的氯化鋅溶液繼續浸洗，不足50%濃度的氯化鋅溶液貯放缸中备下批使用，最后再用1%鹽酸液洗一次，清水洗兩次（总計約有10次）。

洗去氯化鋅后的活性炭再以3%的鹽酸溶液在60～80°C温度下洗一次，然后以水洗到水中不含有鋅、鈣、鉄、鎂等鹽类。

洗清后的活性炭用离心脫水机脫去水份，在200～300°C温度下烘干，用球磨机磨到細度在140目以上。

(三)設备一覽表:

操作崗位	設备項目	材料	数量	規格
泡浸	氯化鋅溶液貯缸	陶器	2只	500升(滴南申放缸)
	泡浸缸	陶器	3只	500升
	箩 籮	竹	2只	淘米籮
炭化	炭化爐	磚,鉄	1只	
活化	活化爐	磚	1只	
	活化桶	鉄	2只	53介侖桶改裝
洗滌	活性炭貯缸	陶器	1只	
	氯化鋅洗桶	陶器	2只	內有瓷木或竹制濾板
	氯化鋅溶液貯缸	陶器	10只	約300升
	酸、水洗桶	陶器	1只	內襯濾板
	离心脫水机	鉄	1只	φ60公分 1800轉/分
	眞空抽气机	鉄	1只	
干燥	烘 箱	磚	1只	暫可用炭化爐
磨粉	球磨机	鉄	1只	

(四)劳动組織 14个人。

活化炭化2人，洗滌1人，烘磨1人。

以上共4人，每天3班，共12人，另加替班2人，計14人。

(五)劳动保护:

(1)炭化爐上面应裝一排风斗，使木屑炭化时所发生气体与氯化鋅气排出室外，防止吸入氯化鋅气而引起嘔吐的中毒現象。

（2）炭化及洗滌操作时均应帶防护眼鏡，以防氯化鋅及鹽酸溶液濺入眼中。

（3）炭化或傾倒鹽酸时应帶防护口罩，避免有害气体的吸入。

（4）倒酸时应帶橡皮手套，以免被鹽酸燙伤。

（六）生产过程应注意事項：

（1）木屑应选純一种类的杉木屑最好，主要是質地松，制出的活性炭脫色力較强，混合木屑因質量不一，制出的炭的質量不易稳定。

（2）木屑中的水份不宜过高，否則將氯化鋅溶液变稀而影响氯化鋅的作用。

（3）泡浸时应將木屑浸透，这样方可先發揮活性炭的作用。

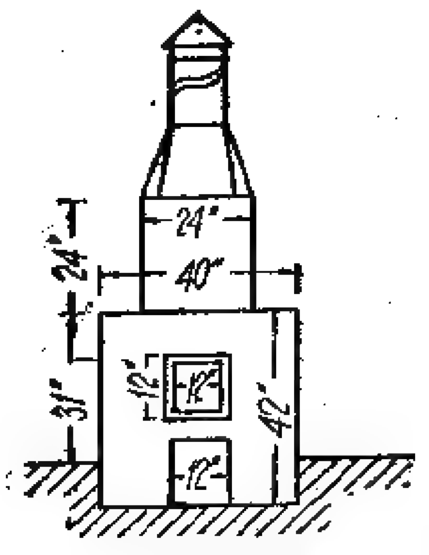
（4）炭化操作时应均勻，炭化应完全，炭化完全的木屑应为黑色，并很酥松。

（5）活化的时候，溫度很重要，要制造脫去糖色的活性炭，溫度应在500～600°C之間，不可低于500°C或超过650°C。如超过此規定幅度，活性炭脫色能力均相应降低。

（6）洗滌过程中溫度最好为75～80°C，洗滌情况进行較快。

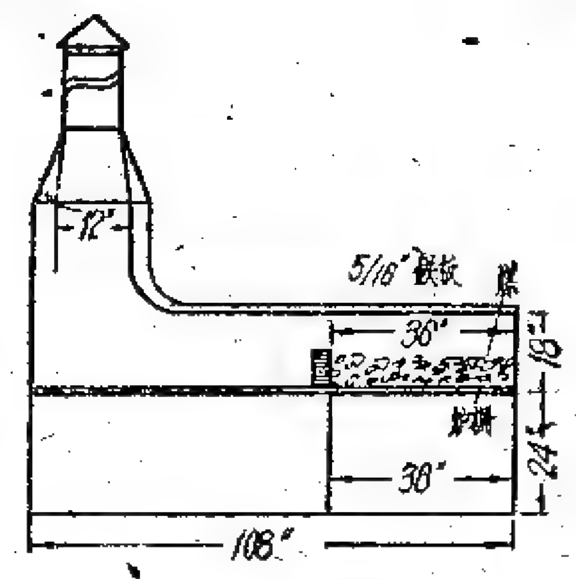
（7）活性炭的細度是很重要的，一般应細于140目，否則脫色能力很差，原則上是越細脫色力越强，但以不影响过濾速度为原則来确定活性炭的最适宜的細度。

五、資料来源：上海葡萄糖厂

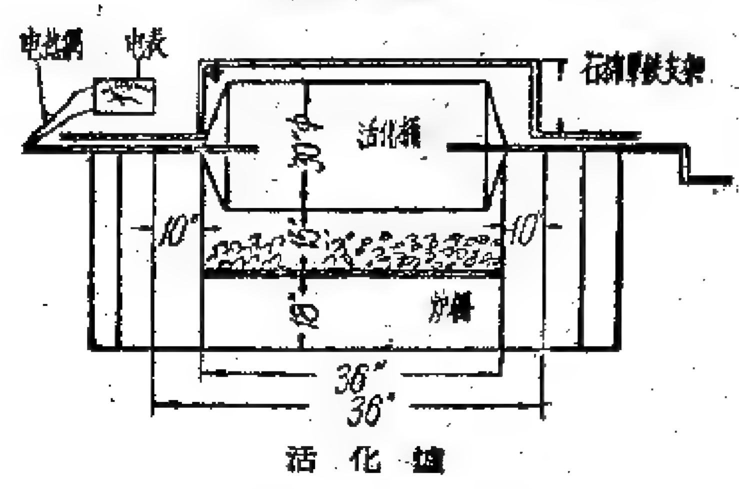


炭化爐正面圖

炭化爐側面圖



炭化爐剖視圖



活 化 爐

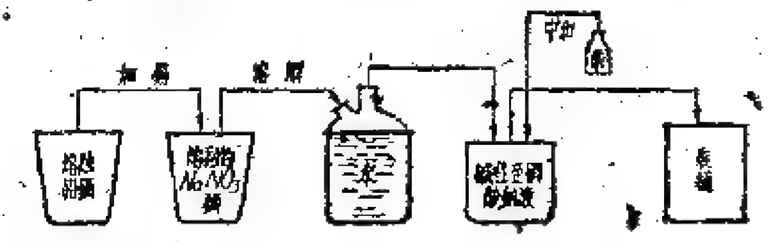
土法生产亞硝酸鈉

(一)还原反应:

(甲)化學反应式:

$$NaNO_3 + Pb \xrightarrow[380\sim400°C]{\triangle} NaNO_2 + PbO$$

(乙)工艺流程:



(丙)操作法:

于加热下將硝酸鈉 50 公斤与鉛 122 公斤，分别放入兩只容量約 250 升的鉄鍋中熔融，約 1 小时可以全部熔化，待硝酸鈉温度升至 360°C 后（这时表面上剛有細泡之出現），于攪拌下，开始加入熔融的鉛，加入的速度应在每次加入后，鍋内不再发現小粒鉛珠存在时再加第二杓（約每隔 3 分鐘加 4 公斤）为度，以后温度应控制在 380～400°C 之間。根据反应情况調节爐火，如果发現表面上产生稠密的泡泡或少量白烟时，应立即停止加鉛，并退去爐火，加速攪拌，至反应恢复正常后再繼續加鉛。全部加鉛时間約为 1½～2 小时，加完鉛后仍保持 380～400°C 之間繼續攪拌 20～30 分鐘，必要时可再延長 15～20 分鐘(此时反应物由深棕色逐漸轉变为淡黄色)，然后进行溶解处理。

(二)溶解:

秤取 100 公斤自来水放入容量 150～200 升的鉄桶中，蓋好裝

有鉄漏斗的套蓋，然后用長柄杓子將鍋中反应物一杓一杓自鉄漏斗孔加入，开始由于水温低，可以加入快一些，至鉄桶的水將近沸騰时应卽减慢加入速度，以免由于內容物的突沸冲出所造成的損失和减少误伤事故，每鍋溶解时間約15～20分鐘，全部加完后开启桶蓋，用鉄釺將桶底沉着的氧化鉛充分翻动，使附着的$NaNO_2$全部轉溶于水中，放置至澄清为止。分出上清液（卽碱性較强的亞硝酸鈉溶液），取样送檢，測定含量，并秤定重量后塡入記录卡，貯存于容量約600升的陶缸中。殘留在桶底的氧化鉛用4鉛桶水份二次洗滌，洗液合并充作下一料溶解时套用。

(三)中和：

盛放于陶缸中的强碱性$NaNO_2$溶液，讓其❶室温冷却至40°C以下后，开始进行中和操作，准备好稀硫酸盛液瓶，檢查滴液橡皮管和玻璃活塞是否暢通，然后將瓶內裝滿10%的硫酸，同时把橡皮管头子伸入$NaNO_2$液面下，开启玻璃考克，进行中和，中和时应該严格控制硫酸濃度和流入速度，否則就很容易使溶液中的$NaNO_2$分解，生成NO和NO_2逸走，影响产品的收得率。总之，以不出現一点黃烟和嗅不到NO气味为适宜。在中和期間，应該隨时將液体攪和，使酸碱均匀作用，到溶液pH到7～8之間（用4～10的pH試紙試驗），停止中和，充分攪和后，取样送檢驗，測定含量，缸中溶液靜止，澄清后，將上层透明溶液用杓撈出，盛放于$NaNO_2$鉄桶中（每桶液体淨重为250公斤）底下的混濁液和沉淀移至濾桶或濾袋中过濾。濾液与澄清液合并裝桶，每桶裝好后应卽貼好含量标签，記录桶号后，点交給轉运部份送厂应用。

备注： Pb：分子量207.21　比重11.3437　熔点327.43°C
沸点1613°C，鉛溶解于HNO_3及热濃H_2SO_4中。
$NaNO_3$：比重2.261　　熔点306.8°C

---

❶ 中和后的濾渣系PbO和$Pb(OH)_2$的混合物，可直接并入前面的PbO中存放。

沸点380°C(分解)　分子量85.01

$NaNO_2$: 分子量69.01　比重2.168

熔点271°C　沸点320°C(分解)

PbO: 分子量223.21　比重9.53

熔点888°C

$Pb(OH)_2$: 分子量241.23　分解点145°C

水中溶解度0.0155%

热水中微溶，酸硷中均能溶解。

(四)资料来源：五洲药厂

氨气制造亞硝酸鈉的設計簡介

一、緒言：

亞硝酸鈉是我厂制造的解热止痛藥——安乃近、氨替比林等时不可缺少的化工原料之一。今年第三季度曾因亞硝酸鈉一度供应脱节，車間造成停产，在党号召"工业抗旱"声中指出大搞小型土法、土洋結合、为解决当前原料供应困难的唯一办法后，我厂即决定自己生产亞硝酸鈉工作为首要任务，并成立專門小組，进行用氨气制造亞硝酸鈉的工作。

二、設計的根据：

我厂設計系按照上海化工研究院的备制，結合本厂具体情况，以节約鋼材及不銹鋼为原則，加以改进而成的。

三、流程說明：

（1）化学反应式：

$$4NH_3 + 5O_2 \longrightarrow 4NO + 6H_2O$$

$$4NO + O_2 \longrightarrow 2N_2O_3$$

$$N_2O_3 + 2NaOH \longrightarrow 2NaNO_2 + H_2O$$

（2）工艺流程：

本設計的生产流程，是藉罗茨鼓风机輸送空气，与氨气經分別計量后，会同通过噴射及挡板式混合器混合，經陶器瓷圈进入氧化爐，爐中放置鉑銠合金網一張及20公斤鉄鉍触媒。混合气在爐中自上而下，通过触媒后，所起氧化反应。反应温度为650～700°C。氨濃度为8.5～9.5%（容量）。經氧化后的氧化氮气体，温度为650°C左右。出氧化爐，流經3公尺長的3吋黑鉄管，然后进廢热鍋爐。在廢热鍋爐出口处，保持温度在140°C以上，再經3尺公長、以水冷却的

3 吋不銹鋼管，使温度降低至100°C左右，然后进4吋口徑陶器管，所联成的冷凝器。全長400呎。在温度50°C左右，进入碱液吸收塔，以30%的氫氧化鈉液循环吸收，至含碱量在3%左右，卸行出料，所得亞硝酸鈉含量一般在30%以上。

(3)工場布置：

附平面布置图。(生产流程图)

(4)單件設备設計說明：

I 空气过濾器：利用旧鋁質桶改裝，直徑600公厘，內裝有預先在油內浸过并瀝干的1吋直徑陶器瓷圈作空气过濾之用。

II 氨气盛气桶：从鋼瓶液氨經減压閥导入，利用旧桶改裝，在鋼瓶上及氨气盛气桶上裝有温水噴淋器，以助液氨蒸发。盛气桶上接有鋁質氨气过濾器，直徑为300公厘。

III 氧化爐：上面二节氨与空气的混合部分，用鋁質所制进氨管一节，裝6公厘无縫鋁管，另一节裝挡板。爐身系3公厘的不銹鋼材所制成，中間加裝520公厘直徑的鉑銠合金網一張，網下面用不銹鋼絲来回繞成網狀，支撑鉑銠網。与網相距10公厘处，放置鉄鉍触媒(須將此非鉑触媒預先軋成片狀)，排列須均勻，可在非鉑触媒层下，墊陶器瓷圈調节間距，瓷圈須排列整齐，并洗滌清潔，擦干方可用。氧化爐上的取样管，我厂是用6公厘口徑的无縫黑鉄管代替不銹鋼管。

IV 廢熱鍋爐：鉄制外殼9公厘厚，受熱面积10平方公尺，外徑32公厘的无縫鋼管44根，每根長2000公厘。

V 吸收塔：用¼吋鋼板制成为串流泡沫式結構，全長9200公厘，直徑350公厘，共17节。第一节与末一节为不銹鋼材制成。

VI 鼓风机的选擇：我厂所用的罗茨鼓风机，风压为2500公厘水柱，风量为300立方公尺/小时。

(5)施工与安裝中必須注意的問題：

I 安裝时必須注意：自空气到进入氨氧化爐的管路，在安裝

时不能使用白漆或牛油，以及其他經加热后发出油烟等物質的潤滑剂，只能用純石棉紙做填襯。

Ⅱ 吸收塔安裝的要求較严，每节安装时要測定水平是否垂直。对开車后的吸收效率有很大影响。

Ⅲ 廢热鍋爐內爐鋼管，排列地位要注意，不能圓形地平均排列。上部距离要有一定空間，使水位經常浸沒鋼管。

Ⅳ 工場布置地位，特別是空气調节閥、氨气調节閥以及氧化爐視孔与流量計地位，四者的位置要使操作者便于观察和控制生产（本設計因限于利用旧厂房，未能充分做到此点）。

（6）本設計的特点：

我厂亚硝酸鈉車間的設計，系按照上海化工研究院供給的图紙結合具体条件，充分利用原有設备及尽量节約鋼材、有色金屬等原則作改进的，如厂房利用原有的，冷凝器依原設計，系用不銹鋼材料，我厂用陶器管代替；又如蒸气預热因电力限制，不用电热，改用爐灶，用煤加热，又省去預热器，由氧化爐出口，直頂进廢热鍋爐，同时盛碱液的貯盛槽，改用水泥坦克，表面涂瀝青漆（卽水罗宋），以节約鋼材，同时为了保护廢热鍋爐寿命，不致因低溫时冷凝产生硝酸而被腐蝕，因此在开車前用一小型爆仗爐加热，开車后經一定时間可熄灭。

触媒方面亦有改进，原設計用三張鉑銠合金網，今我厂改用一張鉑銠合金網，并以20公斤的非鉑触媒——鉄鉍触媒——来代替，以节約鉑金，轉化率亦可达到94%以上。

原設計需不銹鋼材2吨，本設計只需120公斤左右的不銹鋼材卽可。

（7）操作方法（包括开車、停車、事故处理等）：

Ⅰ．操作条件：

① 氨和空气的混合比为氨占10%（以容量計）。

② 氧化爐溫度控制在650°C左右。

③ 預热空气約150°C左右，具体按氧化爐反应温度控制。

④ 廢热鍋爐出口气体，温度不低于 140°C 。

⑤ 氨壓气桶压力不得超过40磅/平方吋。

Ⅱ 开車注意事項：

① 檢查空气出气閥，必开放后才能开罗茨鼓风机（以免造成管路等脹裂事故）。

② 空气預热器必須在罗茨鼓风机开放后，才能升火（以免爐鋼管裂毁）。

③ 氧化爐点火前廢热爐必先加热至 100°C 以上（因温度低时产生硝酸，可損坏廢热爐）。

④ 点氫焰时先开拔风鼓风机，使水銀压力表压差减小，燃点氫焰时先小后大，进入氧化爐时，必須均匀移动，以免鉑網損坏。

⑤ 氫焰燃鉑銠合金網，片刻，再开氨閥。初时空气流量每小时控制在100立方公尺左右，氨气流量控制在 10 立方公尺左右，各流量表流量格数安正常后，可逐漸开水，空气流量一般可增至280～300立方公尺/时，氨气可增至20～30立方公尺/时。

⑥ 鉑銠合金網以氫焰燃点后，略現微紅色，卽停止燃燒氫焰，关好閥門，数分鐘后，关去拔风鼓风机。

⑦在点火前，周密檢查吸收塔和液碱泵运轉是否正常。点火后，經常注意塔内吸收現象，有否白烟产生。鼓泡高低是否正常（卽鼓泡在塔頂高度占視鏡約½以上，中部占視鏡½，塔底低占¼），底部視鏡无积水現象。

⑧在廢热鍋爐温度上升至 140°C 后，方能熄灭爆仗爐子，停止冲入水汀（蒸汽）。

⑨开車后半小时，卽可取样测定氨气轉化率。正常后，在新換液碱吸收 8 小时后，测定亞硝酸鈉一次。出料前，每半小时测定余碱量一次。

⑩盛酸桶每隔 15 分鐘放酸一次。

Ⅲ停車注意事項:

①如遇特殊情况，必須停火或有計划的停火时，必首先將氨气閥关閉。

②氨气閥关去10分鐘后，才能停止液碱泵。

③在全部管路設备降温至100°C以下时，才能关閉罗茨鼓风机。（严格禁止先关罗茨鼓风机，再关氨閥，以免造成严重爆炸事故）。

④关去液氨鋼瓶閥門（凡尔）后，冷热水閥門（凡尔）亦关閉。如正常停車应將氨盛气桶內氨气尽量用完，然后停車。

⑤檢查工場內水、电管路等。

（8）生产能力，單耗，人工等:

本設計每天以24小时計，耗液氨为500公斤，产100%的亞硝酸鈉1.7吨左右。

每班4人，按三班制生产，需操作工人12人，并需配合分析人員2人，跟班测定中間品。

單耗: 液氨0.3公斤，液碱0.65公斤（以100%NaOH計）。

（9）目前存在問題及改进意見:

Ⅰ　冷却用陶器管有漏气現象。目前采用灰綠岩焊接，是否可一点不漏气，尚待經生产后考驗。

Ⅱ　轉化率在90%以上，尚不如理想。爐温如能提高可能有改进，因此將氧化爐外所包石棉重新加厚。

Ⅲ　轉化率低的另一因素可能是省去热空气交換器，亦有关系。本来意图开車后空气可以不必加热就进氧化爐，但从开車后情况来看，空气仍必須繼續加热，因此热交換器仍有必要裝置。

Ⅳ　液氨供应不上，时常造成停車。

（10）中間品控制分析方法:

Ⅰ　余碱量: 按一般酸碱滴定法求得。

Ⅱ　$NaNO_2$分析方法:

精密秤取磺酰胺（精制品）2克，加50毫升蒸餾水，加鹽酸7

毫升，再加蒸餾水100毫升，然后加冰冷却到5°C左右滴定，用$NaNO_2$作滴定液，可适当冲淡，滴至碘淀粉試紙呈蓝色为止。

計算方式：

$$\frac{\frac{\text{磺酰胺(SN)重量}}{\text{SN 分子量}} \times NaNO_2\text{ 分子量} \times 100}{NaNO_2\text{ 耗用毫升数}} = NaNO_2\%\text{含量}$$

Ⅳ 氧化率的分析方法（气体分析法）：

氧化率是测定未通过触媒层之前的氨与空气混合气中含化合氮的百分比，与通过触媒层后氧化氮混合气中含化合氮百分比的比值而决定的，但取样时应同时进行。

取容积約500毫升眞空球2只，用蒸餾水洗淨，然后將眞空玻璃球上的活塞擦干，仔細涂上石蜡。用眞空泵將球內空气抽出，至水銀柱減压至5公厘水銀柱以下。仔細檢查球活塞处有否漏气現象。然后用干淨白布，將球表面拭淨，移至天秤上，准备称量。將称量后的2只眞空球至氧化爐取样，再准确称量。然后在2只球內各注入蒸餾水，剧烈振搖，待球內气体被吸收后，分別注入500毫升錐形瓶中。如此相繼3次，待球內气体完全被吸收为止，洗液共約200毫升左右，然后加入甲基紅指示剂各2～4滴。滴定氨空气混合气体試样时用$0.1N\,H_2SO_4$滴定，氧化氮混合气試样时用$0.1N$ NaOH滴定。滴定后用下列公式計算

$$\text{氨空气混合气的含化合氮}\%\ A = \frac{100 \times N\text{NaOH} \times V\text{ NaOH} \times \frac{14}{1000}}{W_2}$$

$$\text{氧化氮混合气的含化合氮}\%\ B = \frac{100 \times NH_2SO_4 \times V\ H_2SO_4 \times \frac{14}{1000}}{W_1}$$

$$\text{氧化效率} = \frac{B}{A} \times 100$$

从氨空气混合气中含氮量%，求出氨%（体积）

$$\frac{\frac{NH_3\%\text{重量}}{17.03}}{\frac{NH_3\%(\text{重量})}{17.3}+\frac{100-NH_3\%\text{重量}}{1.293\times 22.4}}\xrightarrow{\text{簡化后得:}}\frac{294.7\times\text{氨量}\%}{142.75+\text{氨}(\text{量}\%)\times 1.214}$$

下列换算表格适用于（A）%：

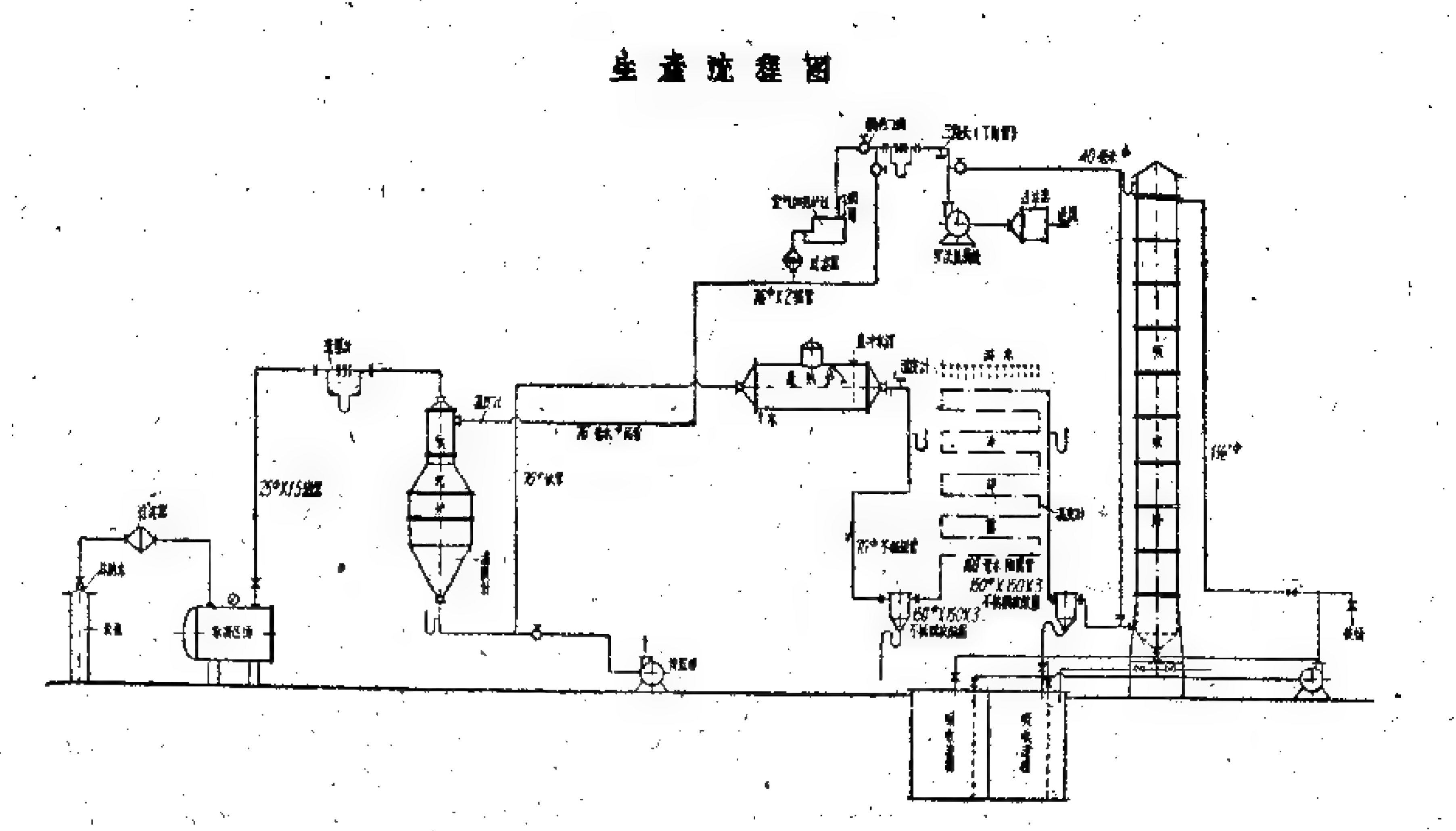
NH_3量内氨%(重量)	换算成体积 (NH_3含量)	NH_3量内氨%(重量)	换算成体积 (NH_3含量)
4.0	8.16	5.2	10.50
4.1	8.36	5.3	10.69
4.2	8.56	5.4	10.89
4.3	8.75	5.5	11.09
4.4	8.98	5.6	11.27
4.5	9.14	5.7	11.48
4.6	9.34	5.8	11.66
4.7	9.54	5.9	11.86
4.8	9.73	6.0	12.01
4.9	9.93	6.1	12.20
5.0	10.12	6.2	12.24
5.1	10.30	6.3	12.60

(11)主要設备材料單:

編号	名　　称	材　料	規　格	数　量	备　注
1	液氨盛气桶	鋼　板	3'×1'×¾"	325公斤	利用旧設备
2	液　氨　管	黑鉄无縫管	1'	4公尺	
3	液　氨　閥	鉄　制		5只	
4	氨气过濾器	鋼　精	⅜"×0.5公尺²	4.5公斤	
5	氨 气 鉛 管	鉛	1'	5公尺	
6	氧　化　爐	鋼　精	0.6公尺²	5.4公斤	
	〃	不銹鋼	1公尺²×2公厘	90公斤	
	〃	〃	1.6公尺²×3公厘		
	〃	〃	1.2公尺²×1公厘		
	氧化爐盛酸器	〃	1.3公尺²×1公厘		
7	吸收塔塔身上下二节	〃	1公尺²×1公厘	20公斤	
8	廢熱鍋爐	鋼　板	⅝"	500公斤	
	廢熱鍋爐鋼管	鋼　管	1¼"	110公尺	
9	空气加热器	〃	1¼"	19公尺	
	〃	鋼　板	½"×0.32公尺²	32公斤	
	〃	〃	¼"×0.32公尺²	16公斤	
10	空气过濾器	鋼　精	50加侖桶		利用旧設备
11	罗茨鼓风器		300公尺³/小时风量 2公尺/水柱风压	1只	原有設备
	罗茨鼓风器上馬达		7.5匹	1只	原有設备
12	鋼精出风管	鉛　管	3"	12公尺	
13	閘　門　閥	鋼	3"	4只	
14	鉄　　管	鉄	3"	12公尺	
15	热空气过濾器	鋼　精	3.3公尺²	30公斤	
16	吸　收　塔	鋼　板	⅛"×11公尺²	275公斤	
17	离　心　泵		1½"	2只	
	离心泵馬达		3匹	2只	
	鉄　　管	鉄	1½"	30公尺	
18	水泥坦克		3.5公尺³	2只	內除水罗宋
19	鋼孔流量計	鋼　精		2只	
20	冷却陶器管	陶　器	4"	150节	
21	开車点火設备				
	小水汀爐		2×4'	1只	
	吸风鼓风机連			1只	
	馬达		2匹	1只	
22	氫　气　瓶			1只	
23	陶器填圈	陶　器	1"	2000只	
24	鉑銠合金网	鉑金及銠	520公厘	170.8克	
25	非鉑触媒	鉄　鋁	軋成片形	20公斤	

(12)資料来源: 五洲藥厂

生产流程图



土法制取硼砂

一、生产規模:

1. 产量: 日产硼砂1吨。

2. 質量: 含十个結晶水的硼砂, 含量98%以上。

3. 三班操作, 每日操作八次。

4. 厂房占地面积192平方公尺。

5. 产品成本: 每吨产品成本在900元左右。

二、原料用量:

原料名称	每次用量(公斤)	日需用量(公斤)	备注
硼矿粉	340	2600	含量17%左右
30%烧碱	173	1270	日用量中扣除回收30%碱出母液300公斤左右
石灰石	27	214	生产石灰大部分用于苛化制碱液，少部分出售
焦炭	18	146	

三、生产方法:

1. 硼矿粉制法: 將硼矿石敲碎, 块的大小如同小皮球, 而后与焦炭按4:1配合加入"石灰窰"中煅燒, 溫度控制在不低于800°C, 也不高于1000°C(窰的大小同石灰窰)。

燒好之硼矿放到石碾盤上碾碎成粉, 再經过每平方公分有200孔的篩, 即成为硼矿粉。

2. 碱溶: 先將30%燒碱173公斤, 和340公斤二次母液平均加入三个鉄鍋里, 燒火加热再將硼矿粉340公斤平均加入三个鉄鍋里, 时常的攪拌, 保持溫度在110~120°C二个小时左右, 而后出

料，料液倒入缸中沉降。

3．沉降和洗滌：

待殘渣完全沉降后，將上部溶液（偏硼砂溶液）用勺小心的移出，送蒸濃鍋或一个缸中貯存。

殘渣加入第一次洗水（其量等于移出溶液之量），充分攪拌后再使其沉降，第一次洗水移出作第二批号第一次洗水用，如此类推，直到第一批殘渣洗水比重为1时，將殘渣用水桶裝送到露天土池中，使殘渣中水份滲入地下或自然蒸发，此殘渣是碱性的，可用稀酸中和一下，当肥料用。殘渣中主要成份为鉄和鎂等。

最后洗水送蒸濃鍋或一个缸中貯存。

4．蒸濃：將偏硼砂液或最后液，盛入鉄鍋，加热煮沸，直到溶液比重达到1.4左右后盛入冷却缸中自然冷却，有时攪动攪动，到温度30°C时，偏硼砂結晶大部分析出，則將此結晶溶液盛入濾筐中过濾，直到濾干为止，結晶的偏硼砂待去溶解。

濾下来的溶液重返蒸濃鍋中攪拌煮沸，操作条件同上。这次濾下的二次母液則当做碱溶時的补充水用。

5．偏硼砂溶解：將結晶的偏硼砂放入鍋中加火溶解，配成60°C时的飽和溶液（大約100斤水加結晶的偏硼砂25斤左右）。

6．轉化：將偏硼砂飽和溶液，用漏斗加入轉化缸中（裝滿缸的80%容积）。八个轉化缸分二組，每組有三个缸直接通二氧化碳气，一个缸吸收三个缸中逸出之二氧化碳。轉化时利用蒸汽桶(121)的蒸气（不超过0.5公斤/平方公分）的熱以閥門来調节轉化缸中的温度在60～70°C，轉化缸中压力在1个表压左右（超过时由另一个罐放气調节），通二氧化碳的終点是测反应液的pH值达到9～10（用pH試紙測）。

7．硼砂結晶：借轉化缸的压力將溶液压入冷却缸中，冷却到30～31°C，硼砂結晶析去，用勺傾入濾筐中过濾，再用少量水，均匀洗滌一下結晶，濾干，送去干燥。濾液待苛化。

8．硼砂干燥：干燥室是一个三面烟道地下是烟道的烘房，房中設有貨架似的干燥架子，架上放着盛有硼砂結晶的木制或竹制的盤子。烘房里的温度保持在50～60°C，烘干后用紙袋包裝則为成品，濕气由烘房頂之排气口排除，烘房里温度过高，則由烘房門开大开小来調节。

9．苛化制30％燒碱：將硼砂結晶过濾后的濾液，放入碱液蒸濃鍋（或其他鍋中）加熱煮沸，另外在苛化缸中加入石灰，將煮沸濾液加入，把石灰化开后，攪拌十分鐘左右，使其自然沉降，澄清后將上部清液（取清液加石灰澄清液无沉淀为最好，否則缸中須再加些石灰。苛化时石灰用量估計一天需用100～120公斤）送入碱液蒸濃鍋中，煮沸，蒸濃到比重达到1.32左右即可。此碱液盛入缸中或送去碱溶硼矿粉。

沉降下来之殘渣（碳酸鈣）用水洗滌、沉降，取出之清液当下次殘渣，殘渣洗水。殘渣再加第二次洗水……如此类推，直洗到洗水之比重为1时为止。最后一次洗液送蒸濃鍋中方結合上。

殘渣（碳酸鈣）送到室外土池中，使其中水份滲入地下和自然蒸发，晒干后可作水泥用。

10．二氧化碳制取：建立一个1000公厘、直徑2000公厘高的土石灰窯。石灰石与焦炭按4:1比例配料，燒石灰，开动水环泵，二氧化碳气沿窯頂上的管子，經过直徑800公厘、高1200公厘、內堆一半石灰石和一半水的洗滌冷却槽二个，而后吸收入泵中再压出通到轉化缸中进行反应。

四、生产工具：（見108頁表）

設备号	設备名称	数量	規格	备注
101	硼矿窑	1	ϕ1000×2000公厘	
102	石碾盘	1		附騾子一头
103	篩子	1	篩孔每平方公分200孔	
104	碱蒸鍋	3	盛6担水	
105	沉降缸	19	盛8担水	
106	蒸濃鍋	3	同 104	
107	結晶缸	18	同 105	
108	濾筐	9	大竹筐	或其他植物編的筐，筐上附有濾布
109	溶解鍋	1	同 104	
110	轉化缸	8	同 105	缸上加鉄蓋子
111	結晶缸	16	同 105	
112	濾筐	8	同 108	
113	烘房	1	3000×3000 公厘	
114	苛化缸	8	同 105	
115	蒸濃鍋	2	同 104	
116	碱液缸	1	同 105	磚砌，外抹洋灰
117	石灰窑	1	ϕ1000×2000	沈阳水泵厂出售
118	洗滌冷却槽	2	ϕ800×1200	水环泵附件
119	水环泵	1	PMK-1型每分1公尺^{3}最大压力1公斤/公分^{2}电动机功率4.5瓩	
120	水櫃	1		
121	蒸汽桶	1	50介侖大鉄桶	

注：制硼矿粉，或燒硼矿石，最好找一协作單位协作。

五、投資估計：單位元

1. 二个窑……………………………………………1000
2. 石碾盤（附騾子一头）………………………… 500
3. 10石鉄鍋………………………………………… 500
4. 70石大缸…………………………………………2450
5. 一台水环式泵（附馬达）……………………… 600
6. 二个洗滌冷却槽………………………………… 100

7．鍋灶……………………………………………………300
8．烘房……………………………………………………100
9．三个烟筒………………………………………………180
10．192平方公尺厂房……………………………………3840
11．其他用具（濾筐，鉄桶等）…………………………500
12．鋼管和管件……………………………………………400
13．共計……………………………………………………10470元

六、生产中的問題:

1．劳动保护:

（1）鍋灶操作者全身着衣，帶手套以防鍋中液体濺出燙伤。

（2）鍋灶操作和苛化时，一定要戴眼鏡（或风鏡）。

2．生产中設备可以互相調节使用，以保持正常生产。

3．在缸中攪拌时一定要用木制棒棍。

4．向室內輸送煤时，最好在室外先用水噴濕，以免到房里傾倒时煤粉飞揚。

七、建厂中的問題:

1．最好將厂房位置为主軸与主导风向垂直，使屋里水蒸汽可逸出室外。

2．厂房建設根据当地自然条件和建筑材料自行决定（茅屋也可）。

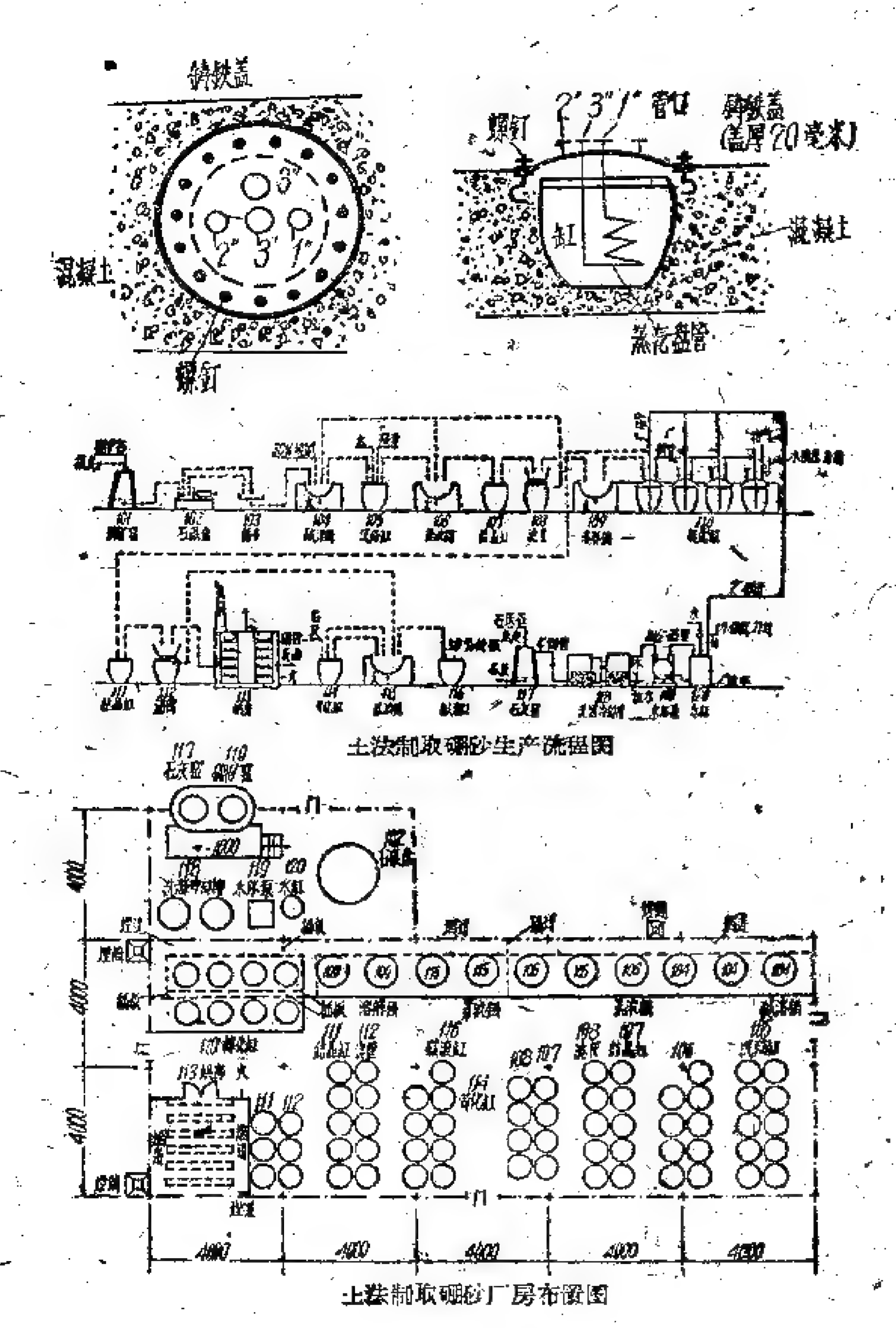
3．設备也可根据当地情况适当修改，例如沉降罐也可改为石砌的池子。

4．沒有电的地方水环泵可改为往复式蒸汽泵，因此也就需要一个小鍋爐。

5．鋼管沒有可改用鑄鉄管。

6．轉化缸的安裝图如后:

八、資料來源：上海化工医藥設計院



土法制取硼砂生产流程图

土法制取硼砂厂房布置图

酸法制造硼酸、硼砂

一、概論:

硼酸，硼砂的制造，除天然硼砂外，在我国，有用硫酸分解硼矿石以制取硼酸，然后以純碱处理以制硼砂（目前沈阳化学厂及1957年間上海大新化学厂等均采用之），1958年起，则用液体氫氧化鈉浸出焙燒硼矿中之硼酐制得偏硼酸鈉；再經碳化而成硼砂（上海大新化学厂，北京試剂厂，及最近中央新籌划之較正規硼酸鹽厂均采用之）。前者称为酸法，后者簡称为碱法。此二种方法比較，經过生产实驗証明，碱法有其更大的經济价值，不論从硼的資源的利用方面和原材料的消耗上来看都是如此。

但是酸法制造硼酸也有其一定优点，如方法簡便，易于控制，設备簡單，不需耗用大量鋼材。一般地区均能就地取材，可用土法，适宜少量生产，而生产周期甚短。在制品积压量很少，便于資金流轉，亦屬重要長处，其最大优点，則是其副产物含硼硫酸鎂溶液，可作农业上之良好硼鎂肥料；不若碱法生产过程中所副产之不純粹之氫氧化鎂，那末，不易利用，因此还有其一定价值。

二、机理:

硼矿石在我国东北所产者，主要为凤城二台子硼矿，其組成系纖維硼酸鎂矿（$5MgO$，$2B_2O_3$，$1\frac{1}{2}H_2O$），主要成份为氧化鎂（MgO）、硼酐（B_2O_3）、氧化鉄（FeO，Fe_2O_3）、酸不溶物（SiO_2等）、水份及其他杂質。加酸（硫酸）分解过程，主要是將硼酸鎂分解，使硼酸鎂轉变为其他鎂鹽（硫酸鎂），而使硼酸游离，当然其他杂質也部分参加反应。

$$5MgO \cdot 2B_2O_3 \cdot 1\frac{1}{2}H_2O + 5H_2SO_4 \longrightarrow 5MgSO_4 + 4H_3BO_3 + nH_2O,$$

$$R_2O_3 + 3H_2SO_4 \longrightarrow R_2(SO_4)_3 + 3H_2O$$

反应过程是一个放熱过程，反应后所得溶液为硼酸及鎂鹽之混合溶液。用結晶法分离之，卽得硼酸。

由硼酸以制取硼砂之反应式如下：

$$4H_3BO_3 + Na_2CO_3 \longrightarrow Na_2B_4O_7 + 6H_2O + CO_2\uparrow$$

控制濃度使在65°C以下結晶，则得10水硼砂($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$)。

三、制造过程：

（1）生产流程（見 115 頁）。

（2）工艺过程：

（Ⅰ）將硼矿石磨碎到 150 目，檢定硼酐含量。

（Ⅱ）按分析数据配酸：

B_2O_3	15%以下	矿粉：硫酸（100%）＝1:0.65
B_2O_3	15～18%	矿粉：硫酸（100%）＝1:0.7
B_2O_3	18～22%	矿粉：硫酸（100%）＝1:0.75

（Ⅲ）酸分解：

分解器一般可用 2.5 立方公尺木桶（或花崗岩制，若产量較少，則可用 0.5 立方公尺容积大缸），直徑与高均为 1.5 公尺。若使用 92.5～98 %濃硫酸，先輸入硼酸精制母液 800 升左右（来由硼酸精制車間），投入硼矿粉 600 公斤，攪和，加热到60°C左右。在充分攪拌的条件下，將硫酸分批加入。第一次加总酸量之⅔。由于硫酸稀釋发熱而引起反应，反应过劇时可用压縮空气冲击泡沫以防外溢，或噴水以控制之。待反应稍平后，再加余酸，继續攪拌半小时（保持溫度），使反应完全，加水稀釋到 32～34°Bé，靜置 3～4小时，使矿泥沉淀。

反应时温度为 115°C 左右，稀釋后容积为 2.2 立方公尺左右，若遇澄清不易时則可加苛化淀粉以帮助沉降，其加量为酸解液之 0.02%。

(Ⅳ)結晶分离:

①將靜置澄清后之上層清液移入結晶器，移液可用虹吸，結晶器可用200升容积之小缸，結晶过程每隔3～4小时攪拌一次，待溫度下降到25～30°C时，用竹籮过濾，母液流入母液池，使其中之小顆粒硼酸沉淀，以便回收。結晶体則經过离心机脫除母液后，以备重結晶精制之。

②將下层含有矿泥之悬液移入析晶池內，加入等体积之粗制硼酸母液（为硫酸鎂及硼酸之共飽溶液）。析晶池可为一長方形水泥池。池不宜太深(不高于1公尺)。底部要有多孔管，压縮空气由此送入。压縮空气的送入有二个作用。第一是冷却液体使硼酸結晶。第二是將硼酸結晶形成泡沫薄膜浮选出来。使其与悬濁溶液分离。鼓泡冷却期間，应將池底矿渣不时攪动，避免由于矿泥堆集而分离困难。

將析晶池所得之灰色粗制硼酸晶体，移入另一容器內(可用500升容积大缸)，加入澄清冷粗制硼酸母液，再經压入空气浮选一次，則可得白色粗制硼酸晶体。經离心机脫水后以供重結晶工序。

(Ⅴ)精制：將粗制硼酸用清水或精制母液（15°Bé以下）加熱溶解到接近硼酸飽和(20%左右)。靜置澄清，將清液移入結晶器，冷却結晶。結晶过程每3～4小时攪拌一次，使晶体均匀，减少含杂，到降溫到接近室溫时，即可經离心机脫除母液，并用清水淋洗以脫除 SO_4^{--}（用 Ba^{++} 檢定）。母液濃度高于15°Bé者送酸分解工序，作为分解矿石时稀釋硫酸之用。在15°Bé以下者仍可作精制硼酸之用。

精制硼酸經干燥檢定（含 H_3BO_3 98.5%以上）即为成品。

酸解工序之酸解液含 $MgSO_4$ 30%左右，硼酸8.5～9%。因此酸分解与精制工序之設备配置上，其容积比为3:1（酸解桶与精制桶之容积比），結晶器若以200升容积計算，則在夏季每一結晶周期須耗时二晝夜，冬季則为一晝夜。

(Ⅵ)硼砂之制造：在反应鍋內(或500升大缸)，加入硼砂母液

及湿硼酸，加入較理論量过量5%之純碱，煮沸反应半小时，調整至硼砂濃度35%左右，澄清，將清液移出結晶。在結晶过程中降溫到60°C左右时应不时攪拌，以防硼砂固結器壁，出除困难。当溶液溫度下降到接近室溫时，即可离心分离母液，成份在95%左右时即为成品（可不經干燥）。

（3）操作注意事項：

1. 酸解为一剧烈放热反应，应該严格控制，防止外溢。遇到某批矿粉反应特别剧烈时，应降低溶液預热溫度，或多批的分次加料。

2. 凡遇酸分解后澄清不易，应提高酸分解时的反应溫度，并适当降低用酸量，或使用助降剂如淀粉溶液（原液0.02%）。

3. 稀释濃度，不应低于32°Bé，这是得量关鍵。

4. 粗制品結晶溫度不应低于25°C，否則有 $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ 晶体共同結出之虞。

5. 分离結晶后之母液，必須再經过澄清，可回收大量硼酸。

6. 粗制結晶最好能經过脫除母液（用离心机），否則增加精制过程耗損量。

7. 精制过程必須澄清，溶液应調整到 pH 3，否則有高鉄鹽水解之虞（成 $Fe(OH)_3$），发現溶液呈紅色，应加硫酸調整之。

8. 精制結晶，脫除母液过程是一个質量关鍵，应充份除去硫酸根，但也应防止洗滌用水过多，否則影响得量。

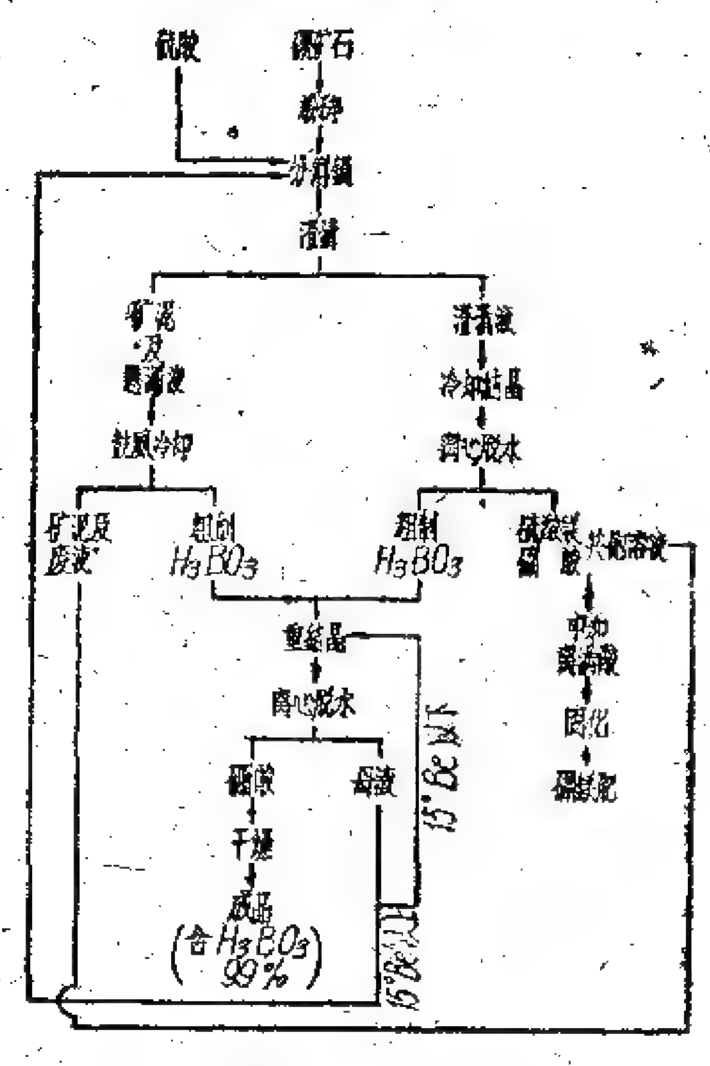
9. 加酸过程，必須充份攪拌，分次加酸，使易与酸反应之鎂鹽有充份与硫酸接触之机会，否則会产生下面二种情况：（a）由于缺酸而分解率降低。（b）在未攪拌时酸与FeO，Fe_2O_3反应而成鉄鹽。再攪拌时，遇硼酸鎂則又成氫氧化鉄沉淀，使整个溶液变成膠体溶液。

获得率：根据本厂1957年第4季度的平均获得率为55%左右（按 B_2O_3 計算），沈阳化工厂为45。若严格控制操作，則有可能达到60%以上。

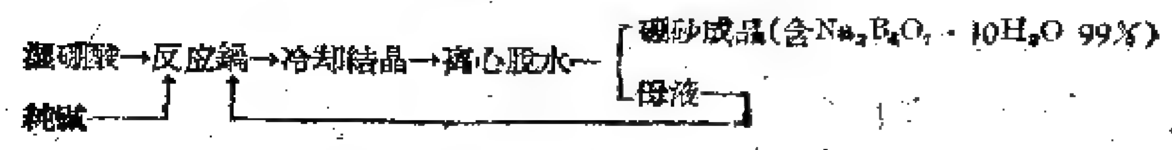
硼酸母液之利用：硼酸母液主要是 $MgSO_4$ 与 H_3BO_3 之共飽溶液，含 $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ 30～35%、$H_3BO_3 \approx 3$ %，pH 3 ～ 2。

利用方向可制作隔热板，或进一步制成藥用硫酸鎂，而其最广闊的前途，是用石灰中和后用作硼鎂肥料，但該方面尙待进一步研究。

硼 酸 流 程



硼 砂 流 程



四、資料来源：大新化工厂

碳酸鉀

Ⅰ　产品名称：碳酸鉀

Ⅱ　分子式：K_2CO_3 96～98%

Ⅲ　性狀：白色粒狀粉末，具潮解性，呈硷性反应，放在阴凉处，防止潮湿。

Ⅳ　用途：制造鉀鹽、酿造、窰业、肥料、鞣革、医藥、織物漂白、玻璃等。

Ⅴ　包裝：50公斤木箱

Ⅵ　主要原料：桐碱、棉籽灰等。

Ⅶ　主要設备：反射爐、蒸发灶、干炒灶、鉄坦克、打粉机馬达、大缸。

Ⅷ　制造过程：我国含鉀鹽植物很丰富，象桐子壳、棉子壳、蕎麦、棉萁、豆萁、向日葵、茶子壳等比較含鉀鹽多而其他草木灰也含有不同程度的鉀鹽。現在把土制碳酸鉀、硫酸鉀、氯化鉀的操作情况簡述如下：

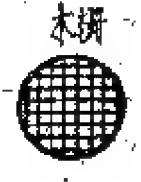
1．原料：將以上植物燃燒后的廢灰，用分离方法提煉碳酸鉀、硫酸鉀、氯化鉀。

2．操作过程可分为二部分，第一部分以植物壳灰制成碱，即粗制碳酸鉀，第二部分以粗制碳酸鉀提煉精制碳酸鉀。

第一部分操作

植物灰浸水用缸





盛灰占缸 9/10，盛水量低缸边一寸，缸底升上二寸鋪木栅板，再加上旧蔴袋布作过濾用，經 3 ～ 4 小时后放出濃度碱水，第一次約 20°Bé第二次約 10°Bé左右，第三次后直至濾到淡碱液可加入新灰缸中作盤缸循环使用。

（1）蒸发分离硫酸鉀

將濾出灰水濃淡混和，約15～16°Bé时开始蒸发，至19～22°Bé时鍋底有黃沙狀結晶析出，即硫酸鉀，陆續將以捞出。如能冷却复有結晶出来。

（2）蒸发分离氯化鉀

將硫酸鉀分离后的碱液，繼續蒸发至 36～40°Bé时，又有黃色結晶析出即粗制氯化鉀，冷却后复有結出。

（3）制造粗制碳酸鉀

將40°Bé碱液繼續蒸发至干或至70°Bé时冷却結晶即粗制碳酸鉀（含量約60～70%），簡称桐碱(蒸发鍋用鉄鍋或40寸鉄鑊均可)。

第二部分操作（粗制桐碱、精制碳酸鉀）

（1）反射爐煅燒

因桐碱含有有机杂質及有机色素，故在反射爐中煅燒，可去有机色素及破坏有机杂質。將桐碱送入反射爐，直至桐碱全部燒透发紅而无夾心为止，即可出爐，俗称火餅。

（2）化水过濾

將火餅浸水溶至50～52°Bé时（用缸亦可，火餅稍冷却投入缸中，避免发生爆炸四濺）即取出过濾（过濾用布袋木架）初濾时有泥漿帶出，一定做好濾层，取出清液送至蒸发。

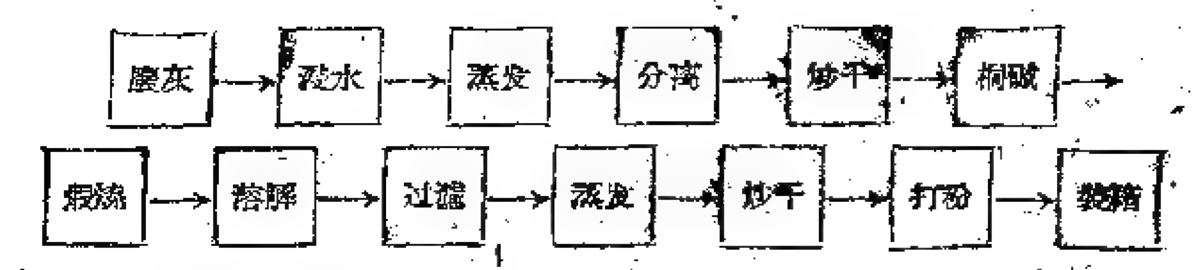
（3）蒸发至象湿白糖时捞出炒干，即不定形精制碳酸鉀。

第三部分操作　打粉

將精制块狀碳酸鉀用万能打粉机磨之，即是粉狀碳酸鉀。

規格桐碱制 96～98%，棉子灰制92～95%。

生产流程



IX 投資預算

月产量20吨，每日三班，每班7人

项目	金额
厂房200平方公尺	6000元
仓庫50平方公尺	1500元
反射爐一座，長10尺，闊5.5尺	1500元（爐内火石台）
大　缸15只	600元
蒸发灶　一座	500元
干炒灶　一座	500元
打粉机馬达	1200元
零星生产工具	1200元
	約需13000元

X 建厂时間

如建筑材料正常約在一个月以上。

XI 定額用料

65%桐碱1800公斤可制碳酸鉀1000公斤。

70%以上1500公斤可制碳酸鉀1000公斤。

XII 注意安全操作

1. 碳酸鉀呈碱性，一般操作应戴手套，以免皮肤腐蝕。
2. 操作反射爐应穿工作服、手套、风鏡。

資料来源：森丰化工厂

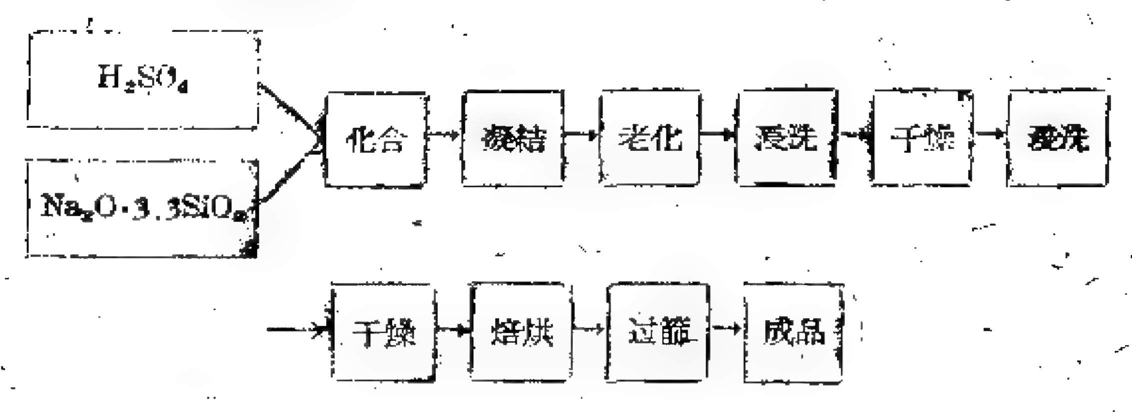
硅　　膠

Ⅰ　产品名称：硅膠

Ⅱ　反应方程式：

$$Na_2O\cdot 3.3SiO_2+H_2SO_4=3.3SiO_2+H_2O+Na_2SO_4$$

Ⅲ　生产流程图：



Ⅳ　得量：

1．理論得量：

每400公斤液体硅酸鈉（20°C比重1.381）可制得硅膠一百十四公斤。

2．实际得量：

每400公斤液体硅酸鈉（20°C比重1.381）制得一百十公斤。

Ⅴ　副产品及其处理方法：

反应过程中所生产成之硫酸鈉溶液由下水道排出。

Ⅵ　硅膠規格：

1．顆粒2～30目。

2．含水量不大于6%。

3．吸湿性不小于40～50%（以100%純粹，20°C測定）。

Ⅶ　存在問題：

本厂所生产之白膠的色泽不易很好地掌握，常有微量黄色产生。

Ⅷ　用途：

主要用途：

1．煉气工业——气体干燥之用。

2．其它：冶金，石油精煉及揮发性液体气相之回收等。

3．电仪工业——仪器防潮之用。

4．国防工业——兵工武器之防潮。

5．紡織工业——控制工場湿度。

6．发电工厂——線絕油防酸之用。

7．化学工业——化学合成之触媒剂、干燥剂、及吸附、分析等用。

Ⅸ　产品色泽、形狀：

硅膠有白膠与藍膠二种，形狀：透明玻璃形顆粒。

Ⅹ生产方法：

由于我厂生产硅膠无成套的操作过程，因此只能供給一些生产介紹，現叙述于后：

1．配料：用比重1.201(±0.01)之水玻璃及比重1.221之硫酸，比例为 $Na_2O \cdot 3.3SiO_2 : H_2SO_4 = 3.5 : 1$。

2．化合：將已称量好的 H_2SO_4 加入化合鍋中，开动攪拌机之后，將已称量好之水玻璃徐徐加入在攪拌中之硫酸溶液，待水玻璃全部加完后再攪拌2～3分鐘，此时化合即告完成（反应温度以20℃最为适宜）。將化合好之硅膠溶液放入凝結盤中凝結，待三、四天后經老化、离漿，此时硅膠成坚硬固体，然后取出將它分裂成10立方公分之块狀放入洗滌池，以便洗滌去反应生成物 Na_2SO_4 和过量之 H_2SO_4。

3．洗滌：將成为10立方公分之块狀硅膠放入洗滌池洗滌48

小时（每8小时换水1次），將洗好之矽膠放进烘房中干燥(60°C)，約干燥100～120小时取出（以將硅膠放入水中不碎裂为最适宜），再进行第二次洗滌，洗滌72小时（每8小时換水1次），將硅膠放入烘房中干燥，約12小时，再进行焙烘爐烘焙(160°C)，約24小时后卽为成品，过篩后裝听卽可。

XI 制硅膠的設备工具：

硅酸鈉存貯器

硫酸存貯器

硅酸鈉配水池

硫酸配水桶（青鉛）

青鉛化合桶（裝攪拌器）

冷凝木箱

烘洗用木格子

漂洗用篾籮

鋁質烘盤

水泥漂洗池

烘房

焙烘爐子

分級篩子

包裝鉄听子

XII 硅膠每天生产量及劳动力数：

平均产量每天500公斤，生产工人18人。

資料来源：上海第三泡化碱厂

乙 醇 鈉

Ⅰ品名:

乙醇鈉(C_2H_5ONa)。分子量68。

Ⅱ性狀:

本品为白色固体，当成16～20%无水醇溶液时，是稠厚之液体，本品遇水又分解成乙醇与氫氧化鈉。

Ⅲ生产方法:

1. 化学反应式:

$$C_2H_5OH + NaOH + CaO \longrightarrow C_2H_5ONa + Ca(OH)_2$$

2. 工艺过程:

①小量試驗时在2.5升三口瓶内进行，用油浴加热，其投料量及轉化率如下:

C_2H_5OH（乙醇）	1000克（含量95%以上）
NaOH（氫氧化鈉）	100克（精制）
C_6H_6（苯）	200升（工业用苯）
CaO（氧化鈣）	1500克（輕質新石灰，用前，先进行煅燒过）。

轉化率91%。

②大量生产时投料量:

原材料規格用小量規格，仅氫氧化鈉拟改用工业用固体燒碱。

乙醇	600公斤
苯	120升
氫氧化鈉	60公斤
石灰	1080公斤

③生产操作过程:

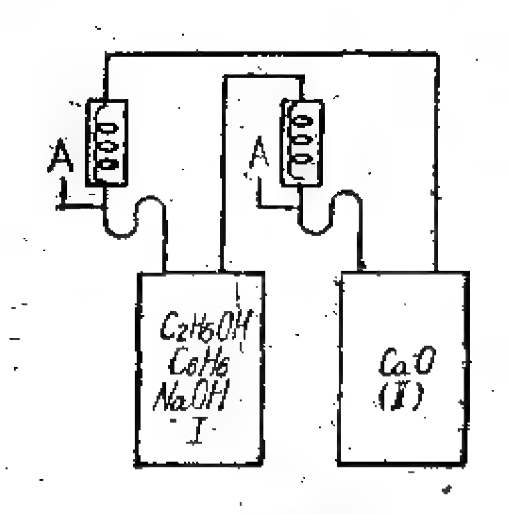
于1000升反应鍋内加入乙醇600公斤，苯120升，苛性鈉60公斤，在另一1200升反应鍋内加入石灰1080公斤，加料完毕，密塞，开冷凝水，进行蒸汽加热，迴流36小时，反应温度維持在97°C以上，反应結束，測轉化率应在85%以上方合格。

④操作时注意点:

a）防止水分的影响，因乙醇鈉遇水卽又分解，故要絕对避免水分。

b）要使石灰有充分吸水机会，且石灰質量要好，遇水能反应激烈，証明吸水效能好。

⑤設备簡图:



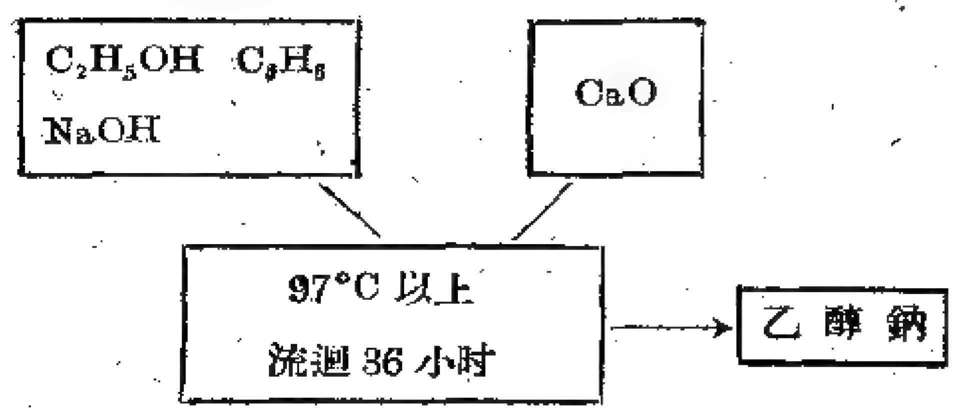
图注說明:

A. 通大气压，入口处要装无水氯化鈣。

a. 氫氧化鈉放在鉄籃内，然后吊在反应鍋内，这样未反应的氫氧化鈉可除去。

b.（I）反应鍋要裝接有攪拌机。

⑥生产流程图:



3．投資金額与劳动力：

投資金額有5000～6000元左右。如以生产500公斤計算，則每天三班，每班要有二个劳动力即可。

Ⅳ　附檢驗方法及耗水率之計算：

①总碱量之测定：

称2克溶于水用$0.1NH_2SO_4$滴定，甲基紅作指示剂。

每1毫升$0.1NH_2SO_4$≎0.0068克C_2H_5ONa。

②游离碱之测定：

用卡氏测定水分，將所得之克数推算成游离碱。

$$\frac{\text{水重}\times\frac{68}{18}}{\text{样品重}}\times 100=\text{游离碱}\%$$

总碱量－游离碱＝乙醇鈉%。

$$\frac{\text{乙醇鈉含量}}{\text{总碱量含量}}=\text{轉化率}\%$$

Ⅴ　用途：

为本厂生产苯巴比妥所需原料。

資料来源：科发藥厂

苯乙烯

一、引言

在党的总路綫光輝照耀下，我厂在20天內建成苯乙烯車間，生产出苯乙烯。

今年九月上旬，上級公司布置給我厂年产苯乙烯120吨，并要在今年年底为止，生产出苯乙烯30吨的任务。大家听到这个消息，一方面覺得非常高兴，因为国家要我們在业务計划以外搞尖端产品是光荣的，另一方面却覺得顧慮重重，困难很多，大家躭心的原因有：

1．苯乙烯是屬于合成化学工业，在生产过程和設备方面和造漆工业是完全不同的。造漆的从业人員对于苯乙烯的制造是完全陌生的。

2．所有各种設备种类多、数量大，目前大家都在跃进，生产加工都有一定計划，协作單位很难找，这許多設备究竟怎样制造安裝呢？

3．目前原材料供应也非常紧張，原来有計划的往往不能按照計划供应，何况是計划外的产品，因此苯乙烯所需要的原材料的供应更加困难。

党支部决定接受任务以后，召集全厂人員开动員大会，指出苯乙烯是国防物資离子交换树脂等的重要原料。經过小組討論，大家热情很高，百分之百报了名願意为苯乙烯生产貢献自己一分力量。第二天集体去参观已生产苯乙烯的自力化工厂。大家对于該厂的設备構造生产过程虽然感到陌生，但是相信在共产党英明領导下，任何困难都会被克服的。技术人員参考高桥化工厂的图紙在一天半时間內，根据本厂特点考虑到客观因素，拟訂出苯乙烯生产設备設計

图紙。九月十一日公方厂長批准四十多个工作人員投入火热朝天的建厂工作。經过大家日以繼夜的忘我劳动了整整二十晝夜，建厂完成，流出了苯乙烯向国庆节献礼。

新車間所以能在較短时間內建成投入生产，和下面几个原因是分不开的：

①党的領导，政治挂帅；发动群众，依靠群众；

②上級領导以及有关單位的大力支持；支援我們无縫鋼管、鍋爐、真空泵等重要物資；

③群众覺悟程度的提高和思想的解放，发揮了敢想、敢說、敢做的共产主义风格，边做边学，主动找关系到处搜寻材料，尽量利用旧材料，使得所有大大小小許多困难都被克服了。

二、設計特点

我厂原生产油漆的，沒有化学工业的設备，也沒有适宜的建筑物。在接到生产苯乙烯的任务以后，决定根据勤儉办企业的原則，尽量利用現成的人力、物力、因地制宜地进行兴建。

1．車間：利用前万国油漆厂的仓庫作为精餾車間。

原煉油棚作为合成車間，而在仓庫东面安裝脫水脫氫爐灶及蒸汽鍋爐。

仓庫原为4公尺高平房5間，用隔牆分成兩大間，現將隔牆拆除，为安装高塔并將部分屋面拆除，上面加建气樓。为了减輕原建筑的負荷，气樓部分外牆改泥鋼板条，气樓屋面蓋石棉瓦。

爐灶鍋爐用旧木料蓋搭敞棚，部分砌磚牆。

2．鍋塔：蒸餾、分餾塔及冷凝器等分行并列，相互联系，共同固着在小面积的地面上。这样安排目的在于（1）不增加原建筑物負担；（2）相近高度的設备相互靠近，便于操作人員前后照料。

3．脫水設备：苯进行烴化所需要的乙烯，洋法用石油副产品。目前我国尚无乙烯供应，因此只能用酒精脫水来制取乙烯，由于材料来源限制，我厂用38公厘內徑无縫鋼管3根，作預热管，

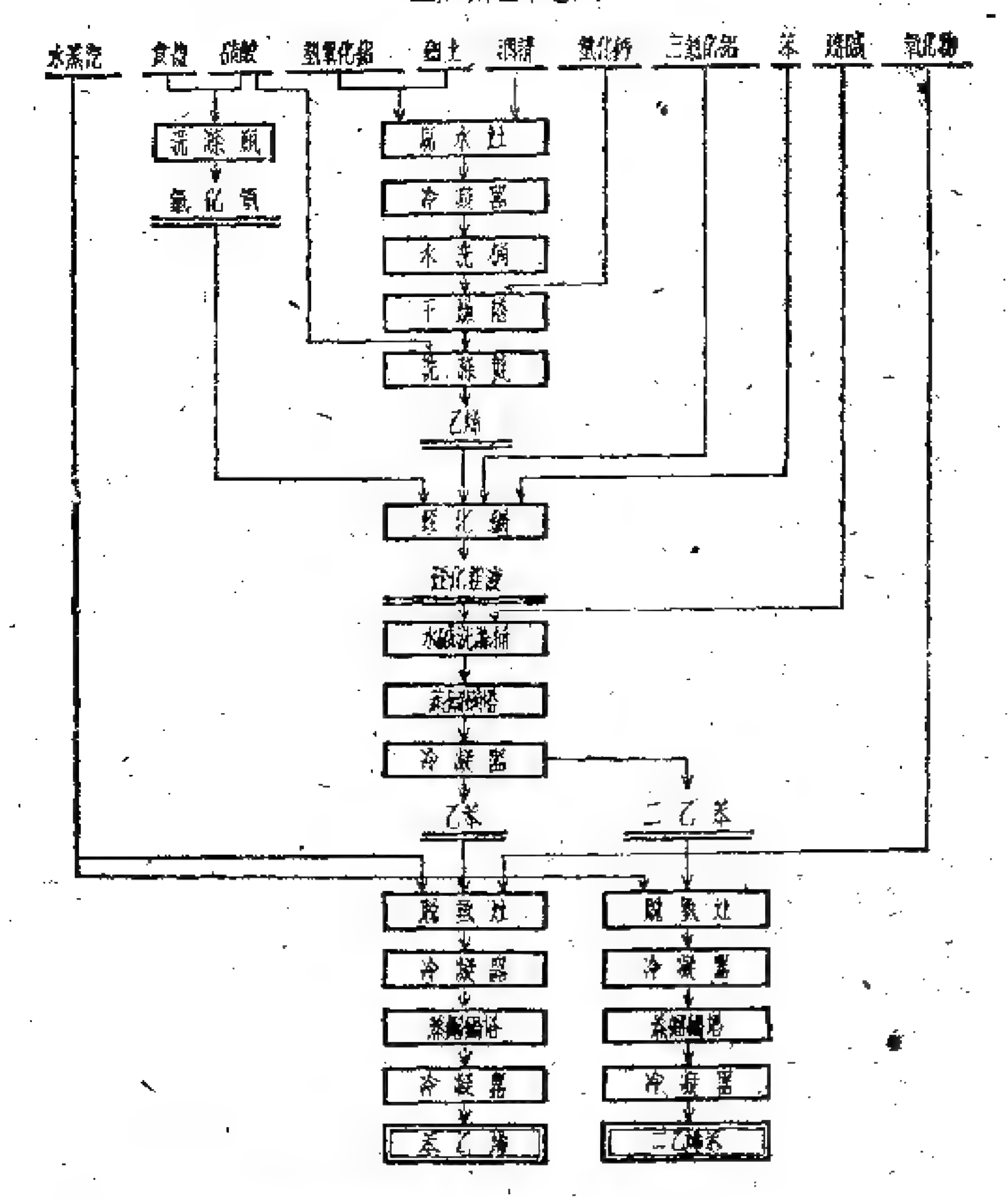
76公厘內徑无縫鋼管4根，作反应管。預热管用一下二上方式，管道比較長，因此不放填料。脫水設备是用煤灶直接加热的。

4. 自力設备生产能力月产3～5吨，我厂月产指标是10吨，因此設备能力比自力至少要大一倍。兩厂設备不同的地方有下列几点：

	万里厂	自力厂
（1）脫水反应管	φ76×3000，4根	φ127×2500，1根
（2）脫水爐灶	2台	1台
（3）合成甕	投料160公斤的2只为1組	投料16公斤的4只为1組
（4）分餾塔	φ152的8座	φ10的8座
（5）水汀鍋爐每小时发生蒸汽量	150公斤	30公斤
（6）真空泵活塞位移	4.42立方公尺	3.20立方公尺
（7）压送設备	空气压縮机	打气桶

5. 脫氫設备：洋法用間接火加热，我厂仿自力厂办法用煤灶直接加热，結構与脫水設备相同。

三、生产流程示意图：



四、主要設备簡要說明

Ⅰ．乙烯发生設备

（1）脱水管組：由3根內徑38公厘和4根內徑76公厘的无縫鋼管組成。管長3公尺。3根为預热管。酒精从其中一根上口通入，

再从其余2根上升，轉入外圍四根反应管，反应管里而放氫氧化鋁和磁土制的小丸作催化剂。

发生器構造見图1。

(2)乙烯清洗組：由直徑35公厘高65公厘內有內徑13公厘蛇形銅管10圈的冷凝器1具，直徑45公厘高67公厘受液器1具，直徑45公厘高80公厘內有噴气蓮蓬头的水洗桶1只，直徑15公厘高2.4公尺，其中2公尺裝有氯化鈣的干燥塔2具，緩冲甏2具，硫酸洗滌甏2具所組成，見图2。

干燥塔和硫酸甏各有备件2套，以便輪流使用(图中沒有画出)。

(3)酒精压送組：由3只旧油桶組成，見图3。

图1 脫水管組

II. 乙苯合成設备

合成槽由2只200公斤5口陶土甏串联組成。甏埋在水泥磚砌槽里，通蒸汽加热，見图4。

迴流冷凝管每甏一共有三只，一只是鉄制，用空气和水双层夹套来冷却，另二只是玻璃制，使甏內反应情况，可以从玻璃管来观察。

球形玻璃冷凝管外面宜用金屬罩以策安全。

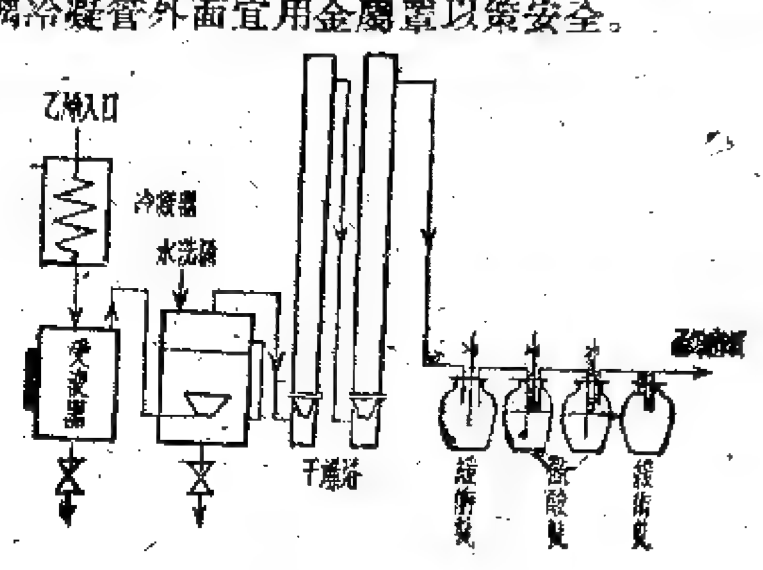


图2 乙烯清洗組

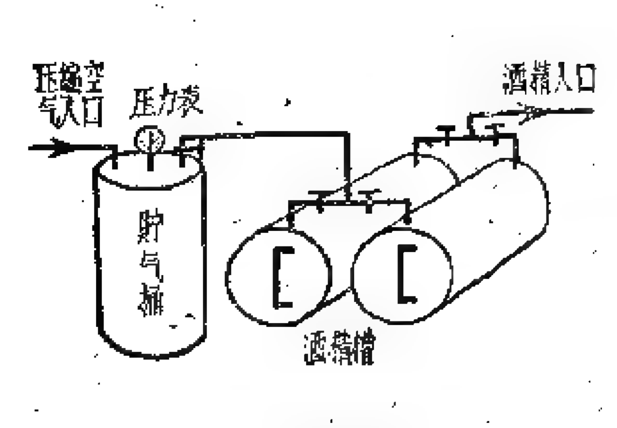


图3　酒精压送組

图4　乙苯合成槽

Ⅲ．脫氫設备

脫氫管組構造和脫水管組完全相同。

反应管中放多种氧化物制成小圆条的催化剂。

Ⅳ．精餾設备

精餾鍋塔組由蒸餾鍋、分餾塔、列管冷凝器、蛇管冷凝器和受器各1只所組成。目前已制成的有下列9套：

提取低沸点物用的：

（1）鍋 ø 800×1000公厘　塔 ø 200×3000公厘

（2）鍋 ø 600×800公厘　塔 ø 150×3000公厘

塔內放置 ø 8～15公厘×8～15公厘的磁圈，大的放在下面，小的放在上面。

分餾乙苯、苯乙烯和二乙烯苯用的：

（3）鍋 ø 400×700公厘　塔 ø 150×5500公厘

（4）鍋 ø 500×800公厘　塔 ø 150×6000公厘

（5）鍋 ø 500×800公厘　塔 ø 150×7000公厘

（6）鍋 ø 600×700公厘　塔 ø 150×4000公厘

（7）鍋 ø 600×700公厘　塔 ø 150×6000公厘

(8)鍋ϕ800×750公厘　塔ϕ150×5000公厘

(3)~(5)塔内放ϕ15公厘×15公厘磁圈，(6)~(8)塔内放1平方公分銅絲布制成馬鞍形的塡料。

以上8只蒸餾鍋都裝夾套用蒸汽加热。

分餾二乙苯用的：

(9)鍋ϕ800×1000公厘埋爐灶内，由煤火直接加热，塔ϕ150×3000公厘，内放ϕ15公厘×15公厘瓷圈。

所有蒸餾鍋，除(9)鍋由3公厘鋼板的旧煉鍋改制以外，都用旧油桶制成。油桶質量較差，效果不好，尤其在抽高度真空时弱点暴露得更严重。

所有分餾塔大部由2公厘鋼板制成。只有1只拆旧油担克的3公厘鋼板制成。

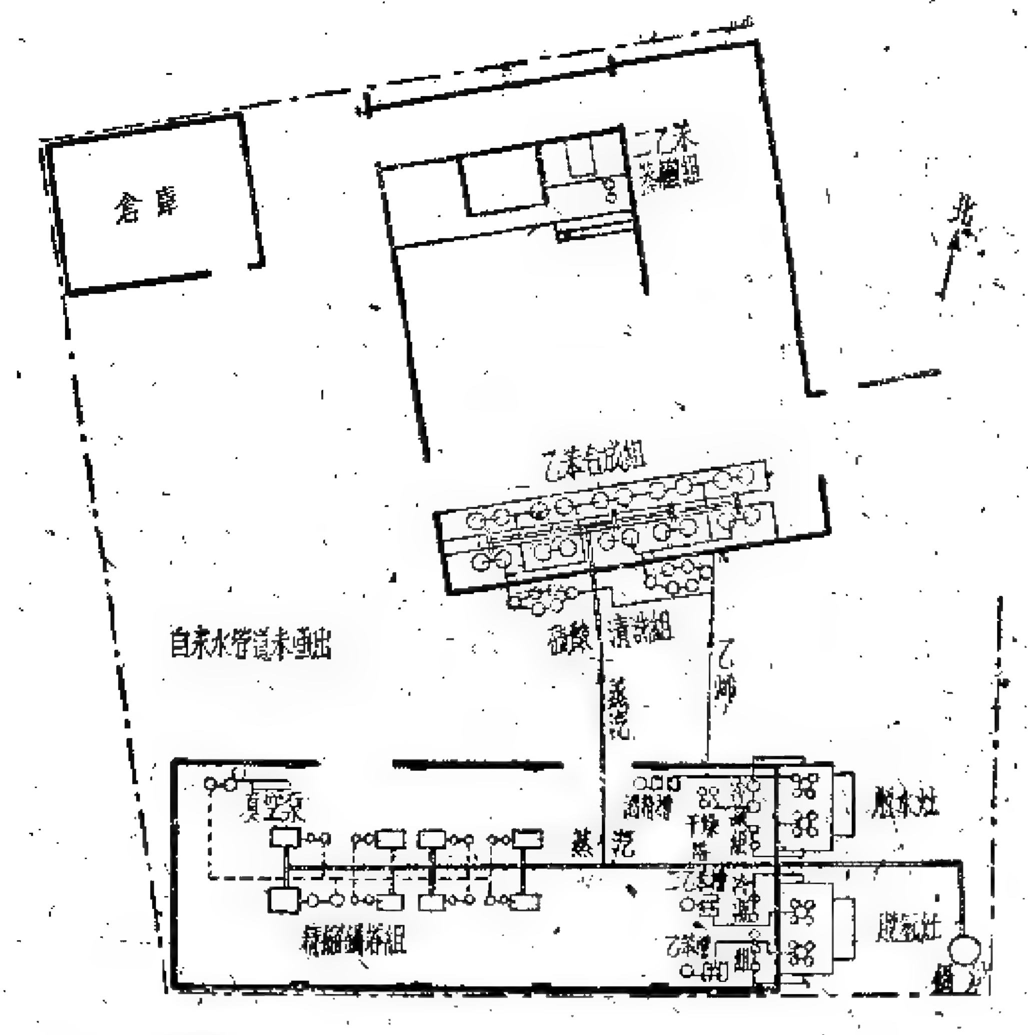
图5　精餾鍋塔組

五、設备安裝平面图

1. 利用前万国油漆厂仓庫为主要車間，占地面积計170平方公尺。其中安裝精餾鍋塔6組；脫水和脫氫輔助設备各2組。原建筑为平屋，安裝鍋、塔部分因此加建气樓。

2. 蒸汽鍋爐和脫水脫氫爐灶，都用煤火加热，安裝在主要車間的东面，有磚牆隔开。原有敞棚地位較小，須予扩建，占地面积50平方公尺。

3. 在原有煉油間安裝乙烯合成設备和二乙苯蒸餾鍋、塔占地60平方公尺。



六、操作規程

（甲）壓化反应

操作程序：

（1）先將酒精配成濃度 62 %的水溶液后，放入酒精貯桶。

（2）开动空气压縮机使貯气桶經常保持 10 磅每平方吋压力左右，用空气压力逐步送酒精进入脫水爐灶。

（3）脫水爐灶的温度須經常保持 350～400°C，反应管內触媒每三天換一次，放入的触媒在管內应保持完整不碎，并注意不使管道內有堵塞情況。

（4）反应而成的乙烯在冷凝水洗过程中，須經常將未作用的酒精以及反应生成的水和乙醚等从冷凝器下的受器中放出（酒精經蒸

餾处理后仍可回收应用）。

（5）酒精的流量根据初步試驗結果来看，有兩組烴化鍋在反应时以每小时15～20公斤最为适当。

注意事項：

（1）如发生酒精在管內逆流时，应立即放尽空气压力（不可关酒精出道管），并檢查以下几点：

①脫水爐灶的溫度是否正常（过高、过低都会引起逆流）。

②乙烯的出道是否堵塞：1.反应管被触媒堵塞，2.烴化反应器乙烯进管被无水三氯化鋁堵塞。

（乙）乙烯和苯的合成

操作程序：

（1）將脫水后的純苯和无水三氯化鋁放入反应器中（无水三氯化鋁占純苯的15%）。

（2）先在反应器的夾层中通入蒸汽并通冷却水入冷凝器中，当反应器中溫度升至55～60°C时逐步通入乙烯，同时通入氯化氫約二、三小时使帮助触媒起动，待反应进行正常时（即自末一罈出来的乙烯很少时），即可停止进行，反应溫度經常保持75～80°C。

（3）反应时間需36小时。第一个18小时，乙烯从一个方向通入（即自第一罈通入），第二个18小时，从相反的方向通入（即自另一端的第一罈通入）使烴化反应均匀。

（4）反应完成后，將烴化作用液放出，先后用水20%NaOH溶液將氯化氫及氯化鋁复合物洗清，然后进行分餾。

注意事項：

（1）落料时，先放苯，后放无水三氯化鋁（无水三氯化鋁須敲成小粒。如失去活性时，即須及时掉換）。

（2）經常注意玻璃冷凝器中的乙烯通入情况（正常时，乙烯自第一只罈充分通入，至末一罈时仅有少数乙烯流出，証明乙烯已被吸收）。如有反常情况应立即加以檢查：

①乙烯进入管是否被无水三氯化铝堵塞；

②反应温度正常；

③酒精的流量是否正常。

（3）严格防止玻璃迴流冷凝器破裂，否则使水进入反应器中，引起危險。

（4）如有漏气情况，应随时以泡化碱填补。如漏气严重，可开安全閥使乙烯外流（不应关乙烯进管），或停止通入酒精。

（丙）乙苯分餾

（1）先將烴化作用液，放入乙苯分餾塔中进行分餾，分餾前將蒸汽和冷却水全部开放。

（2）分餾的操作程序如下：

第一道分餾苯：塔頂温度控制在80～81°C常压分餾，流出的苯經蒸餾脫水后可再用于烴化反应。

第二道分餾甲苯：餾剩物再进行减压分餾，剩余压力200公厘塔頂温度控制在69.5°C左右，餾出的甲苯作为副产品。

第三道分餾乙苯，餾剩物再进行减压分餾，剩余压力60公厘，塔頂温度控制在60～62°C左右，餾出的乙苯备脫氫之用。

（3）乙苯餾出后，將鍋內剩余物放出，另行分餾二乙苯。

注意事項：

（1）温度应严格控制，方法是当温度超过規定时須調节迴流凡尔，使迴流量加大，反之則减少迴流量。同时密切注意压力，如压力超过規定时，应关小水汀凡尔，反之則开大水汀凡尔。

（2）减压使用真孔泵浦前，必須將潤滑油加足，开放冷却水。

（丁）乙苯脫氫

操作程序：

（1）先將乙苯放入貯桶。

（2）开水蒸汽通入貯桶，压力不超过8磅（每平方吋），然后逐漸通入脫氫爐灶，使反应管先行潤濕。

（3）开动空气压縮机，使貯气筒經常保持12磅每平方吋压力，然后开乙苯貯桶凡尔，將乙苯送入脫氫爐灶反应。

（4）使水蒸汽和乙苯混合經过脫氫管后，使脫氫后的气体进入二个串联的冷凝器得粗苯乙烯和水蒸汽。經分液漏斗后分出水层，將水层放掉，粗苯乙烯装入容器。粗苯乙烯层与水层应为1:1½，超过規定时，須随时調节蒸汽及乙苯凡尔。

（5）发生的廢气和氫气經第二冷凝器，冷凝后經过二个緩冲瓶放出車間燒掉。

注意事項：

（1）脫氫爐灶的反应管温度应严格控制在600～650°C之間。

（2）通乙苯时，严格防止空气通入，否則会引起爆炸（貯桶中的乙苯貯量，不得低于出料管，否則就会引起空气通入反应管）。

（3）反应需要停止时，將乙苯进管关掉，但水蒸汽仍須繼續通入爐灶，等温度降低至300°C时，方可停止。

（戊）苯乙烯的精餾

脫氫后的粗苯乙烯精餾具体工序如下：

第一道，减压200公厘，塔頂温度控制在42～70°C餾出苯与甲苯，苯可用于再烴化，甲苯作为副产品。

第二道，剩余物再进行减压分餾，剩余压力60公厘，塔頂温度62°C餾出乙苯，可再用于脫氫。

第三道，剩余物放入精餾塔减压分餾。釜內温度不得大于90°C，剩余压力60公厘。塔頂温度控制在62～69°C，温度至69°C时，随时抽样檢查，測定餾出液的折光率。当折光率达到1.540时（25°C）分餾即停止，餾出物再与粗苯乙烯一同蒸餾。

第四道，剩余物放入另一精餾塔减压分餾，釜內温度不得大于85°C（否則苯乙烯容易聚合），剩余压力60公厘，塔頂温度69.5°C。这时餾出的是苯乙烯成品（純度99%）。

注意事項：

（1）由于苯乙烯容易聚合，因此分餾前的粗苯乙烯及精餾后的苯乙烯成品中都要加阻聚剂。

粗苯乙烯中加硫磺0.1％。

成品中加0.05％量的对苯二酚。

（2）控制温度的方法与乙苯分餾控制温度方法相同。

七、存在問題和改进措施

（1）无水三氯化鋁質量較差，受潮結块，但一时尚买不到較好的商品，，祇得繼續应用，用时先將块子打碎。

（2）蒸餾設备不足，若适应月产苯乙烯10吨的需要，約尚須增添6座，全部材料供应一时尚有困难，拟陆續添置。

（3）自来水压力不够，有时甚至供应不上，使各方面工作都受到影响。俟材料供应正常，再行放大进水管，以解决此一問題。

（4）蒸餾鍋系用旧料制成，質薄，不耐高压，不能久用，拟勤加檢修，經适当时期后予以掉換。

（5）乙基苯脫氫設备系統中的冷凝器，冷凝面积小，效果較差，預备重新做一只。

建厂完成到現在已經20天，但是生产情况还沒有正常，可見存在的問題是不在少数的。上面所举几点，并不全面，希先进同业随时惠予指教！

八、資料来源：上海方里造漆厂

氯　苯

1. 品名：氯苯即一氯化苯。

2. 性狀：无色透明呈强折光性具不愉快臭之液体，对皮膚及粘膜有强烈之刺激作用。比重 1.107，沸点 131～132°C，折光率 1.5248，不溶于水，溶于酒精、苯、氯仿、乙醚中，閃点25°C，发火点 36°C，爆炸界限 1.8～9.6%。

3. 用途：作为苯酚，苯胺，D.D.T 等有机制品之原料及溶剂用。

4. 原材料：純苯（工业用）　氯气（工业用）　无水三氯化鋁或氯化鉄（工业用）　液碱。

5. 設备：一）氯化器：300 升三口或五口陶瓶，附 4 呎長玻璃冷凝器（如无玻璃冷凝器时，可用粗玻璃管作空气冷凝器代用）冷凝器上端接氯化氫排气玻管。

二）鹽酸吸收器：陶器缸，上面用木板盖子，盖子上用酚醛膠泥树脂涂襯以防腐蝕）周圍用生漆或石膏涂封。

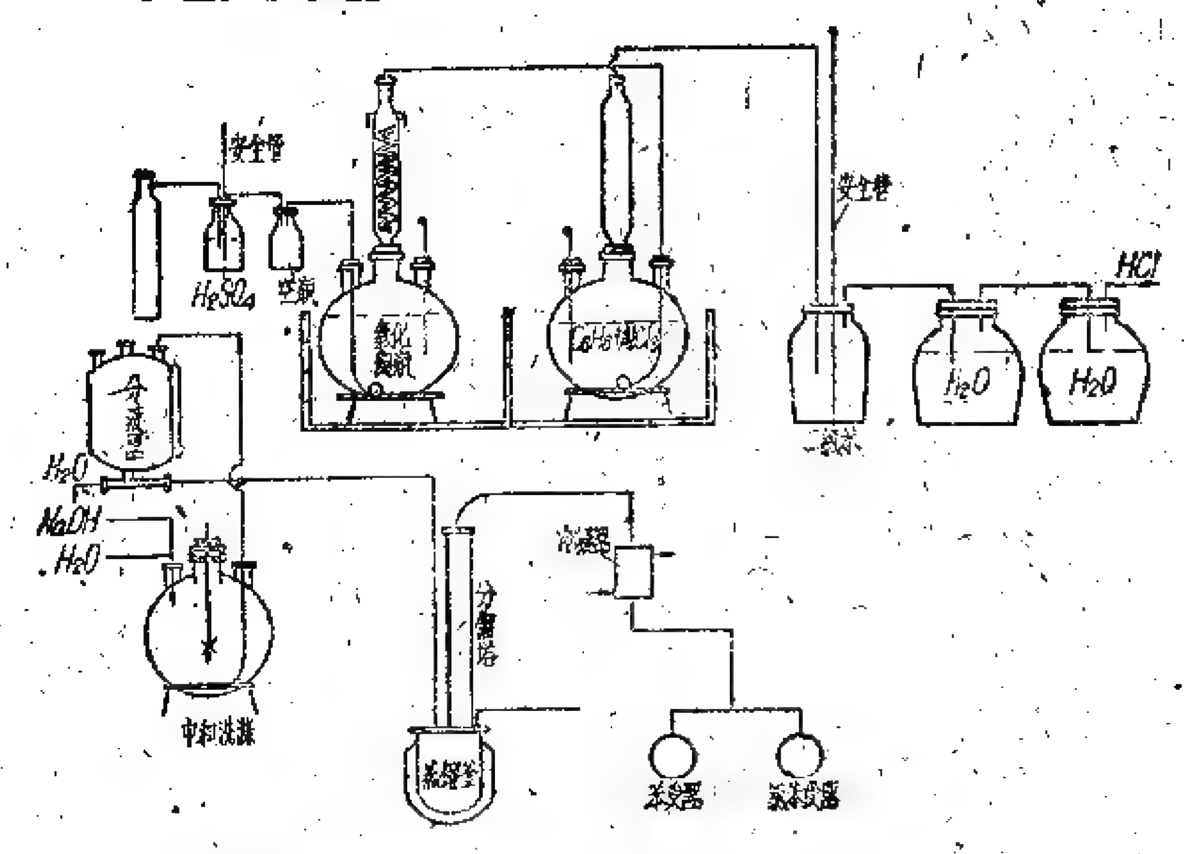
三）中和洗滌器：三口陶瓶附攪拌。

四）分液器：300 升陶器計量槽代用。

五）分餾塔：400 升蒸餾鍋（鋼制）及 4～5 公尺高蒸餾塔（直徑 30 公分）

六）真空泵：低真空泵。

6. 生产流程图:



7. 生产方法及化学反应:

化学反应:

$$C_6H_6 + Cl_2 \longrightarrow C_6H_5Cl + HCl\uparrow$$

副反应 $$C_6H_6 + 2Cl_2 \longrightarrow p\text{-}C_6H_4Cl_2\ (\text{或}\ o\text{-}C_6H_4Cl_2) + 2HCl\uparrow$$

方法同前資料。

生产方法:

在陶器五口瓶中用真空抽入165公斤純苯，加入1.5公斤无水三氯化鋁，在常温开始通氯，通氯速度根据吸收情况每小时为1.5

~1.7公斤，待温度上升后維持于30~40°C間氯化（外用自来水或冰水冷却，約需70小时，耗氯量达110~120公斤，氯化液比重达1.08左右即为氯化終点，停止通氯，用真空泵將氯化液抽至洗滌器中，加入200升水用30%液碱在攪拌下中和至碱性，攪拌1小时后，抽入分液器中靜置6~8小时。分层后，分出下层油层（即粗制氯苯），上层水溶液放入下水道弃去，分出之粗制氯苯用真空泵將粗氯苯抽入蒸餾釜中，先用常压蒸餾（水汀加热），蒸出水与苯，后用低真空蒸餾至117~119°/200~210毫米水銀柱时收集氯苯，以后不断檢查比重至1.15为止，停止蒸餾。

8. **安全措施**：所有电气設备，应用防爆或封閉式，室內应有良好的通风設备。在分液处理原料、加料等操作时应戴防护口罩（膠木活性炭），处理液碱时应穿長統膠靴，圍橡皮圍裙，戴好膠皮手套，生产設备，采取密閉与防止揮发。

9. **收率及消耗定额**：

苯：0.8777公斤　　30%液碱 0.5公斤

液氯：1.0493公斤

三氯化鋁：0.0137公斤

10. **副产品及廢品**：

高沸点：占粗制品之4%

30%鹽酸：每1公斤氯苯可回收1公斤

11. **存在問題**：

1）生产現場由于自来水沒有，在氯化过程中，仅用空气冷却，苯的損耗大，收率低（79.08%）。

2）氯化反应器用陶器反应瓶，无攪拌，通氯慢，每小时仅1公斤左右，低时为0.5公斤。

12. **劳动力**：每班三人，日产量100公斤。

資料来源：科发藥厂

羊 毛 脂

Ⅰ **产品名称：**羊毛脂（无水羊毛脂）

Ⅱ 性狀：本品为淡棕色的軟膏狀物質，几乎无臭，在醚、氯仿、二硫化碳、四氯化碳、苯、汽油中易溶，在热醇中能溶解，在冷醇中微溶，在水中不溶，但能与約二倍量水均匀混和。

Ⅲ 檢驗方法：按照中国藥典第62頁羊毛脂檢驗方法。

Ⅳ 貯藏条件：裝在内充氮气或二氧化碳气的密閉容器内。

Ⅴ 用途：藥用軟膏補料及制造化粧品和机械潤滑油等。

Ⅵ **原材料規格：**

1．离心机所分离出的羊毛洗液中的粗油。

2．氢氧化鉀：工业用，含量在95％以上。

3．乙醇（中国藥典）：

含量：92.23％(w/w)以上，或94.87％(v/v)以上。

酸度：本品50毫升消耗1/10 N NaOH不得超过0.9毫升。

雜醇油：阴性反应。

甲醇：阴性反应。

醛与异性有机物：阴性反应。

酮，异丙醇与叔丁醇：阴性反应。

戊醇或不揮发的易碳化物：阴性反应。

不揮发物：本品40毫升含不揮发物不得超过1毫克。

4．过氧化氫（H_2O_2）（照中国藥典附录第140頁檢驗）：

含量：不得少于28％。

游离酸：本品9毫升，消耗1/10 N NaOH不得超过0.5毫升。

氯化物：不超过0.001％（10 p.p.m.）。

硫酸鹽：不超过0.01％（100 p.p.m.）。

硝酸鹽：不超过0.006％（60 p.p.m.）。

磷酸鹽：不超过0.0005%（5 p.p.m.）。

铵　鹽：不超过0.003%（30 p.p.m.）。

不揮发物：本品 18 毫升中的含量不超过 1 毫克。

重金屬：阴性反应。

5．苯（照中国藥典附录第 98 頁檢驗）：

比重：0.87

沸点：79.5°～81°C，餾出 95 %以上。

凝点：5.2°C以上。

硫化合物：不超过 0.07 %。

易碳化物：阴性反应。

噻吩：阴性反应。

不揮发物：不超过0.001%（10 p.p.m.）

Ⅶ　自羊毛洗液中提取粗油脂原料的种类和原理：

羊毛洗液內含 3～7 %的羊毛脂和肥皂，由于肥皂及羊毛脂具有乳化作用的性能。羊毛洗液实际是一种羊毛脂，肥皂，泥尘，羊粪及水的混合乳化液。欲自洗液中提取油脂，首先应將羊毛脂，肥皂泥，粪，水等分离，分离的方法可分为三类：

（1）离心分离法：是以特制离心机將油脂与肥皂，水，泥粪渣分别分开，所得到的油脂質量好，顏色較淡，游离脂肪酸含量低，但羊毛脂提出率較低，只有 30 %左右，国外大部分采用此法生产。

（2）泡沫分离法：以特制噴气設备將空气吹入羊毛洗液中，使油脂成为泡沫狀态，浮在洗液面上，收集所有泡沫，脫去水份即得到粗制羊毛脂，此法所得到油脂量不及离心法，但顏色仍較佳，游离脂肪酸含量亦較低，本法广泛在澳洲各处应用，羊毛脂抽提率則不詳。

（3）化学沉淀法：使用化学藥品如硫酸、氯化鈣、氯化鎂或明矾等藥品，將鈉或鉀肥皂变成沒有乳化能力的游离脂肪酸或鈣、鎂、鋁等的肥皂，这样就达到破坏羊毛洗液的乳化狀态，而使油脂与泥渣一并沉淀，濾去洗水則得含油脂的沉淀物，然后采用压榨或抽

提法提取油脂，采用本法所得的粗制羊毛脂颜色深，游离脂肪酸的含量高（10～30%）是其缺点，但抽提率高可达到70%以上。

我厂因无特制的离心分离机及喷气設备，采用（1）、（2）方法，客观条件已不許可，因此就采用化学沉淀法利用上海第一制藥厂廢硫酸溶液，酸化羊毛洗水，收集沉淀物，經洗滌，压去殘余水份，烘干，以苯提出油脂，經中和（用氫氧化鉀），然后用70～80%的酒精先后洗滌六次，蒸去苯，用真空抽去殘苯，用过氧化氫漂白，再經水洗，脫水即得合乎中国藥典規格的无水羊毛脂成品。

后来由于上海的毛紡厂供应羊毛洗水制取酸化沉淀物不正常，就改变了路綫，便与青海羢毛加工厂接洽，买取該厂离心机分离的粗油脂来精制羊毛脂，其制取方法較酸化沉淀法較簡便，可省去酸化、沉淀、洗滌、压干、烘干、抽提的工序，質量也較佳，为我厂現在精制羊毛脂的原料来源。

Ⅷ 制备方法：

（1）溶解：

配料：粗脂1份　　苯5份（重量比）

称取粗脂1份（最好先隔水溶化后），加苯5份移至密閉不銹鋼或陶器制的溶解器內攪拌，使均匀溶解。

（2）过濾：

取上述已均匀溶解的苯油脂溶液，通过用布1层，濾紙2层和藻土的过濾設备过濾之。

（3）脫苯：

將上述已过濾后的苯油脂溶液移入真空蒸发鍋脫溶劑，开始脫苯时可不抽真空（減少苯損耗），最后殘余的苯必需抽真空帮助苯脫尽。

（4）漂白：

配料：粗脂1份　　过氧化氫 H_2O_2（30%）5%（重量比）取上述已脫苯的粗脂1份移入隔水的不銹鋼鍋，預先加温至70°C

左右，然后徐徐加入过氧化氫 H_2O_2（30%）5%，不断攪拌（加入 H_2O_2 时必需时刻注意作用情况，务使不致作用过烈，泡沫溢出）約30分鐘后，加热至80℃左右，又作用30分鐘后可使温度繼續升高至85～90℃，約2小时，不断攪拌，直至完全沒有泡沫逸出为度，即为作用已完全（共需2～3小时左右）。

注：假使在漂白过程中或將要完成时，发觉色澤尙不好，可适当多加些 H_2O_2，一般最多到11%已够。

（5）加酸：

配料：　粗脂1份　硫酸（0.5%）3份

將上述脫色后的粗脂1份，加硫酸（0.5%）3份，加温至80℃，不断均匀攪拌，并随时以試管，取样注意色素变化，使呈淡黃色时立即停止加温并靜止，放去酸水，加蒸餾水4份，在90℃温度中洗滌，不断攪拌約1小时，然后維持溫度靜止2小时，放去洗水。

再用同样方法以蒸餾水洗1次，使不呈酸性反应（用石蕊試紙試之）。

注：一般在漂白后色澤不过分差，都可省去加酸工序。

（6）中和：

配料：　粗脂1份　氫氧化鈉NaOH（10%）（按計算量过量加入以pH試紙試之，以pH 7.5为度）

取上述羊毛脂加溫至85℃，徐徐加入，按計算量超过的10% NaOH（以pH試紙試之，以pH 7.5为度），不断攪拌30分鐘后，再繼續加溫至90℃，并不断攪拌，維持2小时。

（7）水洗：

配料：羊毛脂1份　蒸餾水4份

將上述加碱中和后的羊毛脂1份，加蒸餾水4份，加温至90～95℃，不断攪拌2小时后，以同样温度維持，并靜止1小时（共水洗3小时），即可放去皂水。

再如上法水洗3次，使洗水呈淡乳白色为止。

（8）脫水：

將上述已水洗后的羊毛脂移入隔水不銹鋼眞空蒸发鍋脫水，水脫尽后应急速取出。

IX　經驗教訓:

（1）脫苯:

在真空蒸发鍋中苯脫尽后，应急速取出，否則由于長时間的溫度特别在 105 °C以上，会使羊毛脂色素变深。

苯中含有高沸点的芳香族碳化氫如甲苯、二甲苯等，去苯后应以蒸汽进行真空蒸餾，驅去殘余的高沸点碳化氫，这样成品外观較有光泽。

（2）漂白:

漂白的溫度在 70～90 °C 間为最适宜，溫度低則作用慢，过高則羊毛脂因高溫而被破坏，溫度超过 105 °C則不但沒有漂白，相反增加着色。

漂白后的羊毛脂应进行酸价分析，因羊毛脂經过过氧化氫漂白后，因氧化而生成游离脂肪酸及水中易氧化物。未漂白的粗制羊毛脂酸价約在 2 左右，經漂白后則增加到 4 ～ 5，故需加超过計算量的硷进行中和，然后以蒸餾水洗至几乎无皂液澄清为度。

（3）加酸:

一般都省去了这个工序，除非漂白后色泽仍旧較差（一般深綠色者）才加酸，但溫度不能过高，因为超过 380 °C色泽变化快，一不注意色泽相反增加，所以反应时間，应隨时以取样呈淡黃色为度。

（4）中和:

最主要的应当保持有适当的游离硷的存在，和适当的溫度（90°C）及时間（2½ 小时），这样就保証充分的中和作用了。

（5）水洗:

一定要在較高的溫度（約 90 ～ 95 °C），使洗水呈澄清无肥皂等鹽类为度，否則影响熾灼殘渣的合格度。

（6）脫水:

必需采用真空蒸发，若用常压来烘去水份，耗时既久，顏色也增深，同时脫尽水后应急速取出，否則由于長时間的高溫，特别在

105 °C以上会使羊毛脂色泽变蠢。

（7）設备方面：

絕对不能用金屬鉄來制造設备，因为羊毛脂中的脂肪酸和鉄作用会产生黑色的鉄肥皂而影响了色泽和灰份。我們現在的設备是采用不銹鋼、陶器和塑料制的管道。

X 参考文献：

1. Kirk, R. E. and Othmer. D. F., Encyclopedia of Chemical Technology Vol. 15 p. 119

2. BIOS Report No. 1581. Item 22 Wool grease extraction and refining process of Wollwascherei and Kammerei of Dohren.

3. Gillespie, D. T. C., Wool wax. Washington, Hobert, 1948

4. Lower. E. S., Lanolin (Wool wax) 1946

5. Aktien-Gesellschaft der Voslaner Kammgan-Fabrik Astrian. pat. 172,073 Aug 11. 1952 C.f. C.A. Vol 46 706419 1952

6. Italian pat. 421,705 May 30,1947 C.f. C.A. Vol 43 48763 1949

7. Warth., The Chemistry and Technology of Waxes. 1956

8. Г.В.华西里耶夫：輕工业企业給水与排水 p.235～248. 1954

9. 尼古拉耶夫：羊毛商品学 p.161～163 1954.

10. T.И.庫茲涅佐夫：羊毛学 下册 p.24～37 1950.

資料来源：上海葡萄糖厂

生产流程图（包括各步反应条件及时間）

稻草制酒精

一、緒言

我国南方各省均种植水稻，稻草在以前一般均作为牛之冬季飼料或供作紙版厂原料，其利用价值不大，最近江苏常州市溥利綜合工厂首先以稻草粉釀酒成功。稻草經粉碎后，每百斤稻草可釀制46%白酒7～8斤，所得酒糟仍可用作猪之飼料，或作为造紙原料，可制得質量良好之白紙。稻草酒糟用作飼料时，由于經过发酵过程及蒸煮粗纖維均軟化分解，并含有部分糖分及脂类，使猪喜吃，不如对未經釀酒之稻草厭食，同时营养分及易于消化之程度亦远較一般稻草粉为佳，故以稻草釀酒制得酒精，就可增加化学原料之生产，又可改善飼料質量。在城市中集中生产时，对稻草酒糟仍可用作造紙原料，其經济价值如以酒糟制紙計，如下：

原料稻草100斤		价1.80元
成品46%白酒8斤		价4.22元
白紙	35斤	价17.40元
总产值		21.62元

故稻草經过綜合利用，其产值相当于原料稻草价的12倍，其产品白酒加工成酒精后，更可作为多种有机化学产品，如合成橡膠、塑料等之原料，且其生产过程并不复杂，每使用百斤稻草可节約釀酒粮食大麦16斤或大米10斤，对节約粮食更有意义，值得在农村及中小城市中推广。

二、生产規模、原料及成品規格

根据城市及农村条件之不同，可采用不同之生产規模与設备。

甲、中小城市

由于中小城市可有較好之条件进行生产，酒糟之利用亦可集中用于造紙，故可采用較大之規模，釀制所得白酒自行加工成酒精，其生产規模按日处理稻草14000市斤計。

乙、农村

农村中以稻草釀酒之規模，由于設备条件不宜过大，其所得酒糟亦以作为猪之飼料为主，产品白酒不再濃縮，可送至鄰近城市加工成酒精，生产規模按每日处理稻草500市斤計。

原料及成品列表如下：

城市型		农村型	
原料	成品及副产品	原料	成品及副产品
稻草4000市斤	95%酒精300市斤 湿酒糟2000市斤 （稻草粕造紙用）	稻草500市斤	46%白酒40市斤 湿飼料酒糟1500市斤（飼猪用）

三、生产操作說明：

1. 制酒操作說明

稻草先用切草机切成0.5公分左右之短条，然后碾碎至每寸20目之細度（在大型生产中可用万能磨粉机，小型生产可用畜力石碾）然后以稻草重量75%之水潤湿拌勻，并可攙入适当量之酒糟（可高至稻草量之125%）然后放入蒸料木桶，以蒸汽蒸煮2小时，然后取出攤凉至35°C左右，即行接种，可將預先制就之麯及酵母液先后加入，先加麯拌勻，然后加酵母液，麯之量为稻草量之10%，酵母液为稻草量之三分之一，同时加入稻草量90%之水，拌和均勻之后，放入发酵池或缸。加木蓋以泥密封，发酵时間一般为72小时，夏季可略縮短，冬季延長至96～120小时，发酵完毕后取出发酵物，放入蒸桶，以蒸汽蒸出酒精，蒸桶頂部导出之酒精气及水汽，在直管冷却

器内冷凝，流入盛器，即得46%之白酒。

所得白酒如欲制酒精，可于蒸餾塔中进行分餾即可得95%之酒精，釀酒用酒麯及酵母之制备另見附录，其制备方法系照常州溥利綜合工厂所提供之生产方法，酵母菌之試管菌种及种麯則可購得。

2．附录：

（1）酵母扩大培养操作要点：

酵母培养时間和步驟：酵母——液体試管——第一代燒瓶——第二代燒瓶——卡氏瓶——酵母缸——已成熟酒母（培养时間应根据气候調整）。

1．三角瓶接种：將已发酵旺盛的液体試管及已杀菌完备盛有液槳培养基的三角瓶，在火焰上將外口进行消毒，并經燒棉塞，然后取去棉塞，將試管中的酵母液摇均，徐徐倒入第一代燒瓶中（注意勿使倒在瓶口），將棉塞輕燒后塞好，搖勻，置于保温箱中，保温28°C左右，經16小时发酵旺盛后，接入第二代燒瓶，經22小时，扩大培养于卡氏缶中，三角瓶需杀菌三次使用。

2．卡氏缶：

1．制备糖液：用酒粉36斤（裝12只卡氏缶）加水40%，拌和均勻无結果，蒸煮糊化1小时，出蒸倒入糖化鍋，再加水180公斤，配温至60°C左右，进行攪拌，水齐，加入20%的麯（要求无麯块），进行糖化4小时，在糖化阶段保温55～60°C，并每隔10分鐘左右攪拌一次，糖化以后即大火杀菌，煮沸15分鐘，乘沸时灌入已經洁淨并杀过菌的卡氏灌中（卡氏缶除用漂白水消毒外，并用蒸汽杀菌1小时），每缶裝藥15市斤，塞以棉塞，冷凉后备用，糖液濃度应为波美比重表8～9度。

2．接种操作：將发酵旺盛的第二代燒瓶及卡氏缶的口部在火焰上或酒精棉进行消毒，三角瓶搖勻，去棉塞，將三角瓶內的酵母液倒入缶中，經燒棉塞迅速塞好，均勻后，經22小时发酵旺盛后再扩大于酒母缸中。卡氏缶在接种后，应每隔4小时搖瓶一次，并作

好登記，以便檢查。

3．缸中扩大培养：

（1）配料：每缸用米麵或大麦粉27斤，麸皮7斤，麴5.5斤，卡氏缶中料15斤。

（2）潤料：按原料50%加水，拌和均匀，疏松些。

（3）堆积：將潤好材料进行堆积半小时，使其潤透。

（4）蒸料：随蒸汽撒料不宜太急，圓汽蒸1小时，工具同时杀菌。

（5）下缸：將蒸好之材料，出甑攤凉后倒入空缸，每只缸均需事先用漂粉水杀菌，然后使用清水洗滌拭干，用具也需杀菌使用（水与漂粉比例100∶1）。

（6）加水：每缸加自来水120斤，先放四分之三，其余在配温时加足。

（7）加麴：在加入四分之三的水以后（品温40℃左右）即行加麴，每缸5.5斤，进行攪拌。

（8）配温：加麴攪拌后，用其余四分之一水，配温到25℃左右接种（夏季接种温度22℃左右）。

（9）接种：温度配好后，將卡氏缶搖动，拔去棉塞倒入缸中，攪拌加蓋，到3、4小时，面上有一层薄蓋，后將蓋揭去，并进行攪拌，此后，每2小时攪拌一次。如仍結蓋需增加攪拌次数，并經常檢查品温，最高不超过30℃。如品温过高，应使用攪拌或分缸办法降温，室温保持23～25℃。

10．質量：細胞数9～10千万/毫升，酸度不超过0.7度，染菌少，染色率不超过1%。

11．卫生：保持酒母室的清洁及卫生，并經常用水冲洗地面和牆壁。

（2）麴种培养操作要点：

1．配比：麸皮44斤，細糠10斤，新鮮酒糟6斤，三角瓶种麴120

克。

2. 潤料：按麩皮和細糠总数的80%加水，进行拌和，需疏松均匀，堆积1小时。

3. 蒸料：先以糠与酒精鋪底，再將潤积上蒸、随气撒蒸，裝完圓气蓋草簾、竹箋。工具同时杀菌、蒸足60分种。

4. 接种堆积：將蒸好材料出于杀过菌的竹簍內，翻拌进行撒冷，并消除結块，冷却至37～38°C接种，將三角瓶种麴120克先与一部分材料混合搓碎，然后再拌入全部材料中，以手充分揉搓，使混合均匀（手需用酒精消毒）。接种后，品温下降至32°C左右，进行堆积，上蓋杀过菌的草簾，室溫保持在25～27°C以上。

5. 翻堆：堆积后約4～5小时，品温逐步上升至35°C左右进行翻堆，再隔2小时翻堆裝盒。

6. 裝盒：每盒約裝半斤，厚度0.8～1公分，以手將材料攤平，堆成方柱形，室温在28°C左右，干湿球差度1～2度，此时品溫在28°C左右。

麴种室及麴合均需在事前用硫磺进行杀菌，并須密閉門窗。

7. 花盒：裝盒后約8小时，品温逐步上升至35～36°C（最高不超过37°C）卽行花盒，室温应在28°C，干湿球差为0.5～1度。

8. 扣盒：裝盒后約10小时左右，因菌絲繁殖連成餅狀，材料頂盒，并有白色短菌絲生出，此时品溫为35～37°C卽行扣盒，品溫保持28～30°C（扣盒后呈品字形）。

9. 倒盒：扣盒后2～3小时，品溫升至36～37°C，卽行倒盒，使用溫度均衡，过3～5小时再进行第二次倒盒，此时品溫应控制在36～38°C干湿球示湿平衡，前后倒盒計約四次。

10. 架盒：裝盒后30小时，品温不再上升逐步緩降卽可架盒，此时室温可再适当提高，使水份容易蒸发，再隔24小时已变成黃綠色，卽可出房干燥备用。

11. 質量：种麴外观每个菌絲都有頂囊和胞子，无杂色，鏡檢

用生理食鹽水，稀釋檢查无其他杂菌发現。

12．种麯：必須具有單独使用的竹篷、匙、布和儲藏地点，每次使用后均需單独杀菌。

（3）制麯生产操作要点：

1．配料：麩皮80％，鮮酒糟20％，穀糠10％，种麯3斤（夏季为0.2％，秋季为0.25％），酒糟必須进行揚翻，发揮酸度。

2．潤料：按麩皮（包括穀糠）的65％加水（天气阴晴适当增減，化学堆积水份約51％左右）进行拌和，达到均匀疏松。

3．蒸料：將潤好材料上甑，随透随撒，不可太急，撒完圓气蓋草簾工具同时滅菌，蒸足1小时。

4．攤晾：攤場与竹簾事先必須冲洗（最好用石灰乳或漂白粉冲刷），將出蒸材料，进行揚翻，如麩团必須过篩或經揚渣机，冷却至37℃以下接种。

5．接种：麯种加入时，先取部分蒸煮的材料（約为麯种的二倍）混合搓碎，然后遍撒材料上，用木鍬反拌，使其撒布均匀。

6．堆积：接种后品温降至32℃左右，进行堆积，堆成長条形，高約40公分，蓋上杀过菌的草簾（夏季不蓋），并在堆中心插溫度表，每小时檢查品温一次，室温保持在26℃左右。

7．翻堆：堆积后4小时，翻堆一次，再隔2～3小时，翻堆使温度均匀裝盒。

8．裝盒：自堆积起約6～7小时进行裝盒，品温約36℃，每盒約裝干料一市斤，裝盒前，把空盒堆成方柱形，每层20只高，裝完把地上殘存之麩皮扫除干淨，室温控制在27～28℃左右。

9．化盒：控制裝盒后，品温在5小时左右逐步上升至35～36℃（最高不超过37℃），揭去草簾进行花盒，花盒后品温在32～33℃；在26～28℃，干湿度相差0.5～1度。

10．当品温上升至35～37°进行倒合成品字形。

四、設备、厂房及投資估算

1. 設备及設备費用:

甲、城市型

序号	設备名称	数量	規格	价格	用途
1	2	3	4	5	6
1	切草机	1	每小时切草600斤 附25瓩电动机	約 500元	切割稻草用
2	万能磨粉机	1	每小时磨制稻草粉600斤 附20瓩电动机	約4000元	磨稻草粉用
3	蒸料木桶	3	ϕ 2.5公尺×1公尺連蓋	1200元	蒸煮稻草用
4	蒸酒木桶	3	ϕ2.5公尺×1公尺連蓋及蒸汽导出管	1200元	蒸出白酒用
5	冷凝器	3	錫制、直管浸入式	3000元	冷凝白酒用
6	发酵池	3	3.5公尺×3公尺×1公尺高磚砌，粉水泥，木蓋	1200元	发酵用
7	分餾塔	1	ϕ500公厘泡罩塔，共66层陶制	約5000元	濃縮酒精用
8	冷凝器	1	錫制，直管浸入式	500元	冷凝酒精用
9	蒸汽泵	1	輸液量約5升/分	300元	輸送白酒至高位槽供分餾塔加料
10	白酒貯液桶	1	柴油桶改裝	30元	盛白酒液供輸入高位槽
11	白酒高位槽	1	柴油桶改裝	30元	分餾塔加料用
12	細菌培养箱	1		470元	菌种培养
13	細菌接种箱	1		30元	接种用
14	麯盒		5000	木制	4000元	培养酒麯用
15	盛酒甕	1000	陶制	1000元	盛白酒及酒精用
16	化驗室用具及零星用具			500元	
17	鍋爐	1	蒸发量½吨/小时火管鍋爐連給水泵一台	4000元	供給蒸汽
			合計	26960元	

乙、农村型

序号	設备名称	数量	規格	价格	用途
1	人力切草机	1	每小时切草100斤	20元	切稻草用
2	石碾	1	畜力每小时碾草100斤	60元	碾稻草粉用
3	蒸料木桶	1	ϕ1.2公尺×1公尺連木蓋	50元	蒸煮草料用
4	蒸酒木桶	1	ϕ1.2公尺×1公尺連木蓋及蒸汽导出管	50元	蒸出白酒用
5	鉄鍋	1	ϕ1.2公尺配合木桶	60元	蒸煮用
6	爐灶	1	装鉄鍋二只，磚砌	60元	蒸煮加热用
7	冷凝器	1	錫制，直管浸入式	150元	冷凝白酒用
8	麯盒	150	木制	120元	培养酒麯用
9	发酵缸	12	陶缸	180元	发酵用
10	零星用具及盛器			50元	
			合計	800元	

2. 厂房及厂房費用：

甲、城市型

麯房	150平方公尺	磚木平房	4500元
酵母室	10平方公尺	磚木平房	500元
切草蒸煮及蒸酒房	300平方公尺	磚木平房	9000元
攤晾場及发酵房	600平方公尺	竹棚	7200元
蒸餾塔房		竹木架	1000元
		合計	22000元

乙、农村型

房屋可用簡易竹棚子約	60平方公尺	480元
另設麯房一間及酵母室，共20平方公尺磚木矮平房		500元
	合計	980元

3. 投資估算

甲、城市型之总投資为	設备費用	26960元
	厂房費用	22000元
	共計	48960元
乙、农村型总投資数为	設备費用	800元
	厂房費用	980元
	共計	1780元

五、人員

甲、城市型之工厂生产用三班制，每班共需操作工人如下：

切草及磨粉管理	1人
蒸料及蒸酒	2人
拌种及上池发酵与出料	4人
麯房及酵母室	2人
酒精蒸餾塔	1人
共計	10人

乙、农村型生产可用一班制，工人数如下：

切草碾粉	1人
蒸料及蒸酒	1人
拌种及上缸发酵	1人
麯房	1人
共計	4人

六、經济效果

用稻草釀酒对稻草綜合利用之經济价值已如緒言所述，其生产后之經济效果可估算如下：

甲、城市型

每天用稻草	14000斤	252元
每天产95%酒精	1000斤	值500元
湿稻草紙粕	42000斤	值610元（按制成

白紙产值
之25%
計）

		淨差	858元

如以其中一半作为燃料及人工等費用，則每天淨益429元，全部投資在100天內卽可回收。

乙、农村型

每天用稻草	500斤	9元
每天产46%白酒	40斤	値11元
每天产酒糟飼料	1500斤	估値22元
	淨差	24元

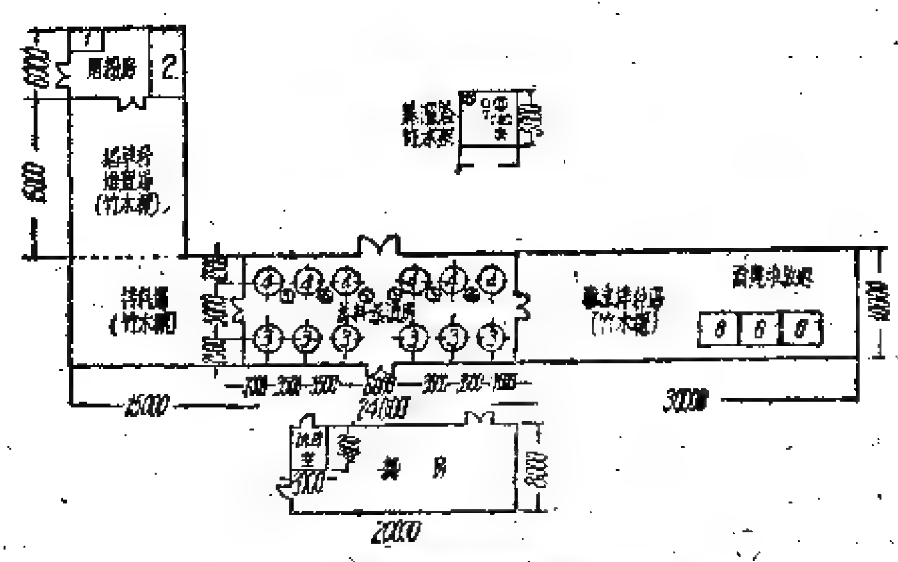
如以其中一半作为人工及其他燃料等費用，每天淨益12元，全部投資在150天內可回收。

七、附注：

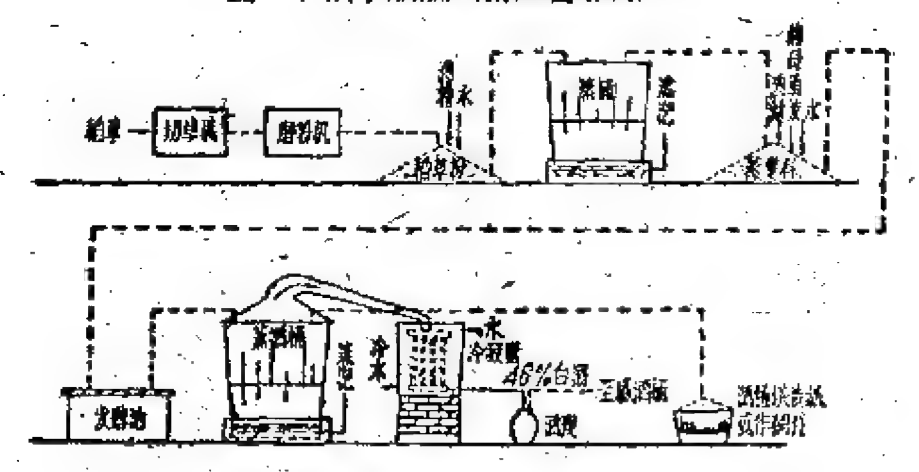
本設計之生产方法均系根据常州溥利綜合工厂生产資料，其有关酒麯及酵母之培养方法，亦以該厂之方法为准，詳細操作步驟見生产操作說明附录。

2．农村型生产中尙需借用耕畜牛或騾一头。

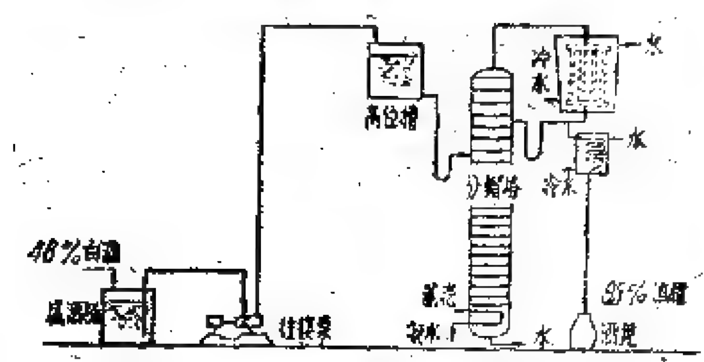
八、資料來源：上海化工醫藥設計院



图一、稻草酿制酒精設备布置图



图二、稻草酿制酒精生产过程图之一



图三、稻草酿制酒精生产过程图之二

1.切草机　2.万能磨粉机　3.蒸料木桶　4.蒸酒木桶　5.冷凝器　6.发酵池
7.分餾塔　8.冷凝器　9.蒸汽泵　10.白酒貯液桶　11.白酒高位槽

年产500吨魚藤精車間設計

一、总　述

魚藤精是从植物魚藤根中提出为价廉的良好杀虫剂，对多种农作物害虫，具有强大的杀死力，使用时对人畜、植害无害，且无特殊气味，适用于防治經济價量較高的蔬菜、果树、茶叶等經济作物的害虫。

魚藤根生長于南方，于是本設計系考虑能适应南方各地的建設，但对設計中各項地区資料，如地形、地質、气象車間位置，运輸条件，水源、蒸汽、电源等均无法肯定，因此在采用本設計时，必須考虑因地制宜，在各方面加以适当选择、补充，以符合各地区具体要求。本設計为車間設計，車間外的其他設施不在本設計考慮范圍內。

魚藤精在我国还是較新的农藥品种，在上海农业藥械厂和沈阳农藥厂有生产，生产資料不够完整。为了适应国內工农业生产大跃进，及时支援农业建設，因受时間等限制，本設計基本上采用上海农业藥械厂的生产方法，新建單位可根据发展情况及具体条件作必要的补充、修改。

二、工　艺

Ⅰ．成品规格及年产量主要計算指标：

本設計依一年330生产日，每天三班操作計算之。

成品规格：

为油型乳剂原液，含魚藤酮是2.5%。

本設計根据上海农业藥械厂的資料。

提取收得率90%。

每批生产时間 36 小时，一年生产 220 批，設計年产量为 500 吨。

II．主要原材料消耗量：

序号	原料名称	規格	每公斤成品用量（公斤）	每批用量（公斤）	每年总用量（吨）
1	魚藤根	含水量 8～10%含魚藤酮不小于 4.8%	0.528	700	308
2	三氯乙烯	比重1.34	0.005	11.38	2.5
3	樟腦油	工业用	0.53	603	265
4	一氯苯	"	0.16	170.5	75
5	蓖麻油	"	0.26	296	131
6	硫酸	含98%	0.51	598	26.2
7	燒碱	固体或30%	0.434	507	22.4
8	芒硝	工业用			0.9

III．工艺規程：

1．生产方法簡述

魚藤精的生产是一种植物提煉，間歇性生产，生产过程是將原料魚藤根运进車間后，即經切断粉碎，再用三氯乙烯溶剂提取魚藤精根中的魚藤酮，采用常压蒸濃，溶剂蒸汽經过冷凝冷却回收后，作为下批使用，蒸濃的魚藤树脂，再与乳化剂調配得到含魚藤酮2.5%的魚藤精的成品。

2．生产流程

原料魚藤根进車間后，經切根机（設备編号101）切碎，用春箕（設备編号102）人工搬到錘磨机（設备編号103）进行粉碎，經鼓风机（設备編号104）送到旋风分离机（設备編号105）分离，用布袋（設备編号106）分裝，經磅秤（設备編号108）度量后，送到萃

取槽（設备編号109），人工加入每批每槽魚藤根粉700公斤。

溶剂从三氯乙烯貯罐（設备編号114）經泵（設备編号119）送到淬取槽，分五次进行淬取。

溶剂加入量：	第一次	2620升
	第二次	1870升
	第三次	1870升
	第四次	1670升
	第五次	1490升

当每次加入溶剂后，用泵（設备編号110）把淬取液自身打循环，每次淬取的时間

第一次	6.10小时
第二次	6.50小时
第三次	6.50小时
第四次	7.30小时
第五次	4.23小时

淬取之后用泵（設备編号110）把淬取液送到高位槽（設备編号111），由高位槽加料入濃縮鍋（設备編号112）500升，在80°C下进行常压蒸濃，以后間歇加料，直到一批淬取液加完，蒸汽經冷凝冷却器（設备編号113）回收溶剂，到貯槽（設备編号114）。

当第五次淬取时，淬取液中因含魚藤酮量极少，不合算去蒸濃送貯槽暫存，作下次淬取用。

最后用蒸汽蒸出淬取槽中殘剩的溶剂，經过冷凝器（設备編号116）到沉靜分离器（設备編号117），因比重不同，水分在上面，溶剂在下面，分离出溶剂回收。

由濃縮鍋蒸濃的濃縮液魚藤树脂，暫时放置于魚藤树脂桶中（設备編号118）以后送乳剂工段，經調配得正式車間成品。

乳剂主要原料蓖麻油进車間后暫时放在油池（設备編号201）中，經油泵（設备編号202）送蓖麻油1000升磺化鍋（設备編号

203）再由硫酸高位槽（設备編号207）將硫酸滴入磺化鍋中，在常压温度不超过50°C，开动攪拌条件下，使蓖麻油磺化为酸性磺化蓖麻油。

酸性磺化蓖麻油經泵（設备編号202）送入中和槽（設备編号205）由芒硝池（設备編号209）用泵（設备編号210）打芒硝水100升，濃度为45%（按重量百分率）入中和槽洗去部分游离酸，再由碱液高位槽（設备編号208）滴入燒碱濃度为36%（按重量百分率）使它中和成pH值7.2～7.3得到乳剂成品。

乳剂成品与魚藤树脂、樟腦油、一氯苯在乳化調制罐中（設备編号211）在温度40°C以下攪拌，混合得到成品魚藤精。

魚藤精配方原則（按重量比）：

魚藤树脂（含魚藤酮25%）	1.0
樟腦油	40
一氯苯	15
乳剂	35

成品分装建議采用18升的蒸餾水瓶安装，用熔化的蜡燒封（其他分装形式，本設計不作考慮）。

三、技术經济

1．車間成本：

（1）原材料及輔助材料費　2.26元

（2）工艺过程动力消耗費

其中	水	0.03元
	电	0.03元
	汽	0.03元

（3）工資	0.06元
（4）附加工資	0.01元
（5）車間經費	0.02元

每公斤产品（魚藤精）車間成本2.49元

注：（1）以上成本計算單价（如原料及动力等）均参考上海地区价格。

（2）以上計算所用消耗定額根据上海农业藥械厂所供給的資料。

2. 車間技术經济指标：

車間总投資約30,000元

序号	名称	計算單位	数量	备注
1	2	3	4	5
1	占地面积	平方公尺	180	
2	年产量	吨/年	500	
3	原材料消耗量	吨/年	786.5	
4	車間职工总人数	人	24	
5	車間用电設备容量	瓩	27.295	
6	每晝夜蒸汽消耗量	吨/日	24	
7	蒸汽最高負荷	吨/时	1.14	
8	每晝夜用水量	立方公尺	298	
9	用水最高負荷	吨/年	14	
10	車間成本	元/公斤	2.09	
11	車間每人年产量	公斤/年/人	14700	
12	車間生产人員每人年产量	公斤/年/人	20000	

四、車間人員編制表

序号	职工名称	第一班人員	第二班人員	第三班人員	共計人員
1	职工与生产工人	4	4	2	10
2	藥剂与生产工人	4	4	2	10
3	車間檢修工人	2			2
4	工程技术人員兼車間主任	1			1
5	管理員	1			1
		車間共計			24

五、公用系統

1. 供汽

(1)消耗量　　　24吨/日

(2)最大消耗量　　1.14吨/时

(3)要求3公斤/平方公分 表压

說明：以上消耗量不包括采暖用蒸汽供汽，来源可根据具体情况来决定，在本設計中不加考虑了。

2. 供水及排水

(1)用水消耗量　298立方公尺/日

(2)最大消耗量　　14立方公尺/时

供水因受地区限止在本設計中不加考虑。

供水的水温，最高不得大于20°C。

(3)排水量大体上与供水量相同。

3. 供电

本設計中不考虑变电系統，直接由外来电流經过配电板，分配为照明电流与动力电流。

动力方面主要是应用于电动机上。

照明設計系参照目前国内一般工厂实际操作情况而决定之。本車間内为一般普通照明，在打粉間内灯置作防尘措施。

动力供电电机型号一般是A型、AO型，电压220/380伏。

电动机安裝后因接地作安全措施。

六、土　建

車間为新建的單层砖木結構厂房建筑，外牆是1砖厚，内牆一般使用半砖厚，地面采用水泥鋪設。

由于房屋建筑受外易影响比較大，随着各地的气温、雪荷、风荷等不同，須作不同的設計，本設計因原料供应地区关系，基本上只考虑了一些南方地面的特点；但在使用时尚需要結合当地实际情况作必要的修改及补充。

七、暖 风

本設計未考虑采暖，必需时根据不同地区需要进行补充。

对設計对主要工段有通风气楼的設施以加强自然通风，对有粉沫飞揚的工序，設有局部通风，减少粉沫飞揚。

淬取工段工艺設备

設备編号	設备名称	数量	規格：型式	規格：尺寸	規格：工作能力（公称）	規格：工作能力（实际）	制造材料	操作条件	来源	图号或型号	备注
101	切根机	1	旋轉輥滴式		120公斤/时		装配		外購		
102	春 箕	3			10公斤		竹子編		外購		
103	錘磨机	1	錘片式		100公尺³/时		装配		外購		
104	鼓风机	1	4—62型3½	φ350			装配		外購		
105	旋风分离机	1	圓形錐底	φ800			木		本院	設22～115	
106	布 袋	20	圓柱形	φ500 H=1500	100公斤		布或麻		外購		
108	磅 秤	1	刀式台秤		300公斤		布或麻		外購		
109	淬取槽	2					水泥	常压	本院	設90～73	
110	泵	2	1½K—6		6公尺³/时		装配		外購		
111	淬取液高位貯槽	1	圓柱形盆底平蓋	φ1300 H=1725	2000升		CT_3	常压	本院	設～23～245	
112	濃縮鍋	1		φ900	500升		CT_3	”	本院	設26～36	
113	冷凝冷却器	1	列管式	φ310 l=2500	10公尺²		CT_3		本院	設25～22	
114	三氯乙烯貯槽	6	帶木蓋	φ1000 H=1300	1000升		陶 瓷		外購	設23～478	
115	稀淬取液貯网	1	帶木蓋	φ1000 H=1300	1000升		陶 瓷		外購	設23～478	
116	冷凝，冷却器	1	列管式	φ310 l=2500	10公尺²		CT_3		本院	設25～22	
117	沉降分离槽	1		φ1000 H=1300	1000升		陶 瓷		外購		
118	濃縮魚藤精配制液貯桶	6	圓形平底有手提	φ=500	20升		搪 瓷		外購		
119	溶剂輸送泵	1	1½K—6		6公尺³/时		装 配		外購		

乳剂工段工艺設备表

設备編号	設备名称	数量	規格：型式	規格：尺寸	工作能力：公称	工作能力：实际	制造材料	操作条件	来源	图号或型号	备注
201	油池	1		1500×1000×800	1200升		水泥		本院		
202	輸油泵	1	齿輪油泵 ¾～4吨		2公尺³/时		裝配		外購		
203	磺化鍋	1	耐酸鋁外帶木夾套	φ1000 H=1300	1000升		陶瓷	常压	本院	設23～498	
204	磺化蓖麻油輸送泵	1	齿輪油泵 ¾～3吨		2公尺³/时		裝配		外購		
205	中和槽	2	圓形平蓋平底	φ1100 H=1535	1000时		木	常压	本院	設24～108	
206	移動式輸送泵	1		φ32/φ25	600升/时		陶瓷		外購		
207	硫酸高位槽	1	帶木蓋	φ850 H=1050	600升		陶瓷		外購	設23～470	
208	硷液高位槽	1	帶木蓋	φ850 H=1060	600升		陶瓷		外購	設23～470	
209	芒硝池	1		1300×800×800			水泥		本院		
210	輸送泵	1	1½K～6		6公尺³/时		裝配		外購		
211	乳化調和罐	2	圓形平蓋平底	φ1300 H=1940	2.26公尺³		木	常压	本院	設24～90	
212	樟腦油高位槽	1		φ1000 H=1300	1000升		陶瓷		外購		
213	一氯苯高位槽	1		φ1000 H=1300	1000升		陶瓷		外購		

九、仪表一覽表

序号	設备編号	設备名称	仪表規格	数量	备注
1		蒸汽管道	彈簧压力表0～15表压	1	
2		蒸汽管道	彈簧压力表0～10表压	1	
3	112	濃縮鍋	彈簧压力表0～5表压	1	
4	114	濃縮鍋	水銀溫度計0～100°C 長尾500公厘	1	
5		工艺管道	水銀溫度計0～100°C	1	
6		工艺管道	水銀溫度計0～150°C	2	
7	211	乳化剂調制罐	水銀溫度計尾長1000公厘 0～100°C	2	

十、电动机一覽表

序号	設备編号	設备名称	电动机型号	数量	功率瓩	备注
1	2	3	4	5	6	7
1	101	切根机		1	1.7	与設备一起購买
2	103	錘磨机		1	4.5	与設备一起購买
3	104	鼓風机	A41—2	1	2.8	
4	110	泵	A31—2	2	1	
5	119	溶剂輸送泵	A31—2	1	1	
6	202	輸油泵	A042—4	1	2.8	
7	203	磺化鍋	A041—4	1	1.7	
8	204	磺化蓖麻油輸送泵	A042—4	1	2.8	
9	205	中和槽	A041—4	2	1.7	
10	206	移动式輸送泵		1	1馬力	与設备一起購买
11	210	輸送泵	A31—2	1	1	
12	211	乳化剂調制罐	A041—4	2	1.7	
13	—	通風机	A32—4	1	1	

施工説明

I 設备安裝説明

一、本車間特点：

（1）大部分設备都是外購，陶瓷缸占多数。

（2）动力設备較多，安裝时应注意。

（3）車間內有水泥設备。

二、設备安裝注意事項：

（1）外購陶瓷缸，購到后檢驗外表是否破裂，再行試漏确无問題时，运进車間安放。

（2）自制或訂制的碳鋼設备，按照鋼鉄設备一般施工及安裝。

（3）外購陶瓷缸需要加制蓋夾套等的設备。在現場制作安裝，如有問題可根据現場具体情况解决。

（4）本車間內泵的安裝，可根据泵的一般安裝程序进行。

（5）本車間內的运动設备，可按照一般运轉机械安裝程序进行。

（6）水泥設备淬取槽（設备編号 109），在施工前把一切零件材料准备齐全，再进行施工。

（7）車間內架空設备，根据支架施工情况而进行安裝。支架可根据实际情形現場制作。

（8）設备如要求試压試漏，在安裝前必須进行完毕。不然，就不能运进車間进行安裝。

（9）打粉間內切根机、鏈磨机、鼓风机安裝后，用木板隔离起来，工人在外面进行操作具体施工在現場决定。

（10）車間內所有电动机在安置于基础上后，必須接地，确保安全。

（11）設备安裝后，再次檢查有无問題，檢查合格后，水泥陶瓷設备进行一次清洁工作。碳鋼設备內部进行清理，外壳除去鉄銹，刷光明丹一次，鉛油二次即可（設备外涂顏色可由使用后决定）。

II 管道安裝説明：

（1）車間工艺管道的連接，依管道流程而进行。

（2）車間的管道布置。

施工时如发生問題，可根据現場具体情况解决。

（3）管道支架根据現場具体条件进行决定，在現場制作安裝。

（4）管道安装后必須要經过水压試驗，試驗压力保持五分鐘，然后將压力降到1表压，保持30分鐘，同时对管道附件进行檢査，是否有漏水等現象。

（5）各种管道試压要求：

工艺管道，水管道	6公斤/公分²
蒸汽管道	10公斤/公分²
其他管道	6公斤/公分²

（6）管道在試压后，对蒸汽管道全部需要保温，部分工艺道路亦要保温。

保温材料　石棉碳酸鎂

保温厚度

管徑大于50公厘　厚度为40公厘

管徑小于50公厘　厚度为30公厘

（7）管道联接，对工艺管路、上水等管路采用焊接和絲套，对蒸汽管道采用法蘭連接，工艺的保温管道亦建議采用法蘭連接。

（8）在淬取工段有兩段需要安装加热套管，套管直徑2吋，長度为2公尺，安装位置根据現場具体情况决定。

（9）管路附件如閥門等亦需要經过水压試驗，閥門試压要求如下：

球心閥	25公斤/公分²
減压閥	25公斤/公分²
安全閥	25公斤/公分²

（10）管道安裝經試压后需进行清洁、清理，刷去外表鉄銹，涂光明丹一次、鉛油一次。为試生产准备条件，管道涂顏色由使用后

决定。

Ⅲ 技术安全

（1）毛魚藤根含魚酮有毒，在打粉間操作时工人需戴口罩、面具、手套，以防止皮肤与魚藤根直接接触及粉末，吸入肺部及喉道。

（2）三氯乙烯有毒，人多接触对健康有害，贮槽及三氯乙烯蒸汽管道必須密閉，严禁有漏气現象。

（3）乳剂工段，空气中有一些乳剂多味，車間内必需要保持良好自然通风。

（4）魚藤精有毒，人亦希望避免直接接触。

Ⅳ 成品魚藤精使用說明

魚藤精为含魚藤酮2.5%的乳化剂。

（1）本剂專治蚜虫。对棉蚜、菜蚜加水800～1200倍噴用。对其他虫体蠟較質厚的蚜虫，可适当降低加水倍数。

（2）配水前应先看本剂有无沉淀。如有，可將本剂加热，待沉淀溶化再行調配之后噴用。

（3）本剂使用时所配的水为軟水，不能用热水調配。

（4）本剂在早晨、傍晚或阴天噴用，效力最好。

（5）本剂受了高热、潮湿、阳光照射或封口不密，都会变質失效，在儲存时应注意。

Ⅴ 資料来源：上海化工医藥設計院

2、4—D植物生长素車間設計說明书

一、概述:

2、4-D为白色結晶或粉末，用酒精配成溶液，在适当濃度時，可刺激植物生長。濃度稍大时，即能杀死莠草，对人畜无害，对土壤遺毒不久，适于农村中广泛使用。

本設計中，以每批生产30公斤2、4-D进行計算。如产量增加时，由产量增加倍数，相应增加設备及原料用量，以适应不同地区之需要。

二、操作說明:

1. 氯化在普通陶瓷罈中进行，外用陶瓷罐作水浴。

將苯酚加入罈中，用水浴加热至50°C，待苯酚完全熔融后，即通入氯气。

氯气由鋼瓶中来，用硫酸干燥后，即通入罈內，反应生成之气体用水和碱液进行吸收。

反应时保持温度在50～70°C約一晝夜，当反应物的重量增加到苯酚量的1.7～1.73倍时，反应完成。

反应終点的测定，开始时可將氯化罈及水浴放于磅称上直接称其重量，同时测定比重，以后可由比重来控制終点。

氯化反应物，熔点較高因此在測比重时，外面用水浴加热，保持在60～70°C，以免凝固。

2. 熔融——在鉄鍋中进行，外用直接火加热沙浴，使温度易于控制。將氯化反应物倒入鉄鍋中，加入氯乙酸及碱液(20%左右)保持温度在100°C左右，且不斷进行攪拌，約3小时即得粗2、4-D鈉鹽。

3. 洗滌——熔融后的产物，用大量水进行洗滌上層溶液取出后，回收的未反应物，可再进行熔融反应。

下面沉淀，放于濾框中濾干，得較純之2、4-D鈉鹽。

4. 中和——2、4-D 鈉鹽，用80倍热水（80°C 左右）进行溶解，再用28%鹽酸进行中和，至无沉淀产生。上层水放掉，下面沉淀，放于濾框中濾干。

5. 干燥——2、4-D 放于篩中，置日光下晒干或风干。

三、原材料消耗量：

名称	每批用量(公斤)	消耗定額(公斤/公斤产品)
苯酚	20	0.7
氯气	36	1.2
氯乙酸	20	0.7
燒碱（95%）	20	0.7
鹽酸（28%）	20	0.7

四、設备表：

編号		設备名称	規格	數量
100		氯化罐	30升的陶瓷罈	1
101		水浴	1000升陶瓷罐或木桶	1
102		液氯瓶		
103		緩冲瓶	2000毫升玻璃瓶	1
104		硫酸干燥瓶	2000毫升玻璃瓶	1
105		緩冲瓶	2000毫升玻璃瓶	1
106		緩冲瓶	2000毫升玻璃瓶	1
107	1—2	水吸收罈	30升的陶瓷罈	2
108		碱液吸收罈	30升的陶瓷罈	1
200		熔融鍋	150升鉄鍋，直徑約1公尺	1
201		沙浴	直徑与容积大于熔融鍋之鉄鍋	1
300		洗滌罐	1000升之陶瓷罐，直徑約1公尺	1

301	1—2	洗液貯罐	1000升之陶瓷罐，直徑約1公尺	2
302	1—4	过濾框	用竹編成，直徑約800公分 高度約30公分，可盛重10公斤	4
400		中和罐	1000立升之陶瓷罐直徑約1公尺	1
401		过濾框	用竹編成直徑約800公分 高度約30公分可盛重10公斤	4
402	1—10	干燥篩	用竹編成直徑約1公尺 高度約10公分，可盛重3～4公斤	10
		溫度計	0～100°C	2
		溫度計	0～200°C	2

五、投資估算：

該厂房无特殊要求可用普通的磚木結構，投資約1500元，設备投資約500元，共需投資約2,000元。

六、注意事項：

1. 全部操作应隔絕火源，并备好消火用具，工作地点严禁烟火。

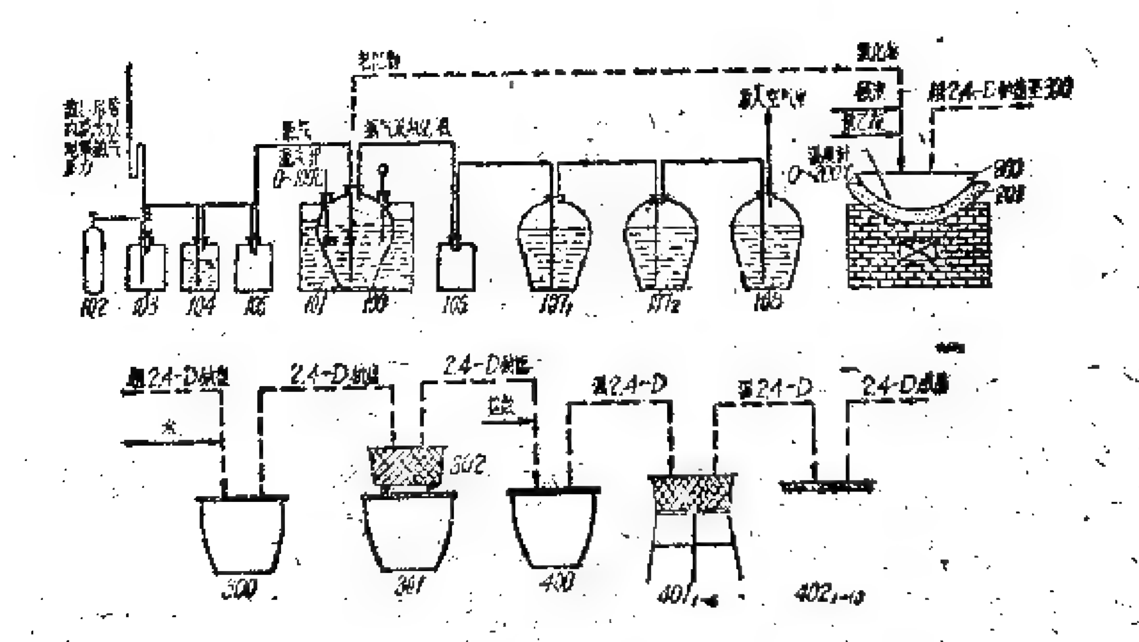
2. 操作时必須戴眼鏡，防毒口罩及膠皮手套。

3. 用酒精配制溶液时，屋內不准有火爐、火星。

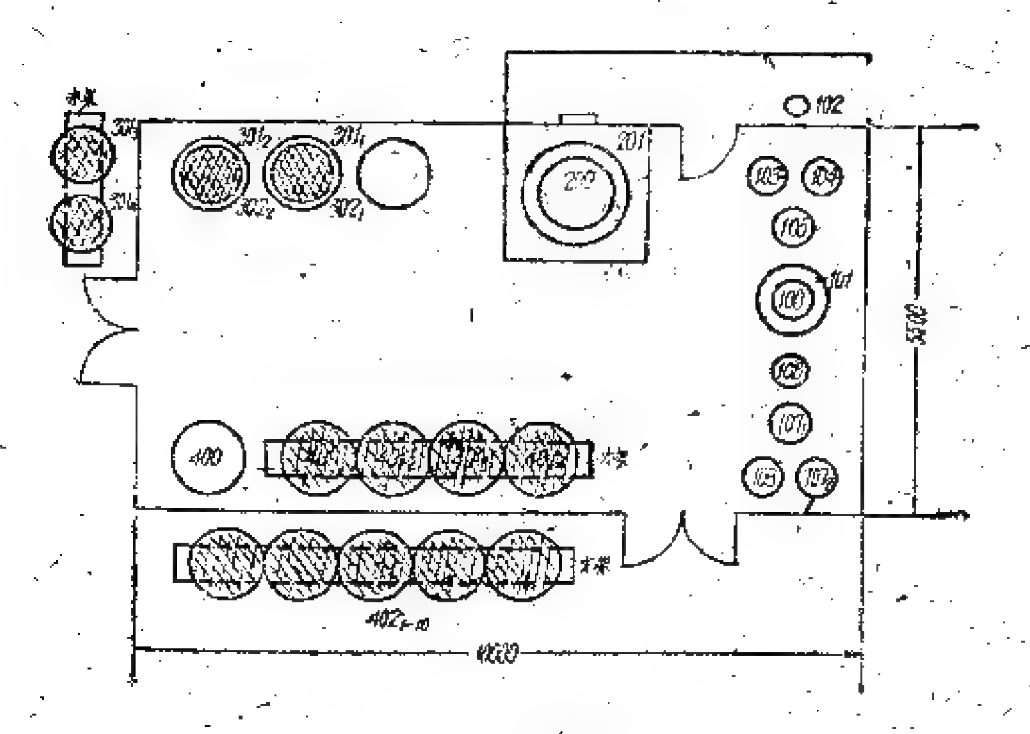
4. 屋中不准放强氧化性物質（如高錳酸鉀等）以及其它易燃品（如火柴，紙張，木屑等）。

5. 釘箱及开大桶时不应使用鉄器，以免发生火花。

七、資料来源：上海市化工医藥設計院



图一、土法 2、4-D 生产流程图



图二、土法 2、4-D 設备布置图

肥鸡药車間設計

I 总述

肥鷄藥又称己烷雌酚，是一种化学合成的激素，除可用作人类卵巢内分泌治疗剂外，近年来广泛应用于牲畜作催肥剂，对肥鷄的效果則更为显著。

本設計系根据上海科发藥厂生产方法进行，年产60公斤可供400万只鷄催肥用，适合在任何化工厂或制藥厂内生产。根据需要，产量尙可增加一倍至数倍，只需适当增加工作班次或設备卽可。

按科发厂工厂成本，每公斤为416元，則每只鷄接种只化0.6分錢，推广使用后对养鷄事业起很大的促进作用。

II 生产方法說明

1. 化学反应式

$$NaCl+H_2SO_4\longrightarrow NaHSO_4+HCl$$

$$2CH_3OC_6H_4CH=CHCH_3+2HCl\xrightarrow[10^\circ C]{H_2O}2\,CH_3OC_6H_4\overset{C_2H_5}{\overset{|}{C}}HCl$$

$$2CH_3OC_6H_4\overset{C_2H_5}{\overset{|}{C}}HCl+Fe\xrightarrow[90^\circ C]{H_2O}CH_3OC_6H_4\overset{C_2H_5}{\overset{|}{C}}H-\underset{\underset{C_2H_5}{|}}{C}HC_6H_4OCH_3$$

$$2CH_3OC_6H_4\overset{C_2H_5}{\overset{|}{C}}H-\underset{\underset{C_2H_5}{|}}{C}HC_6H_4OCH_3+2HI\xrightarrow{\text{酸}}HOC_6H_4\overset{C_2H_5}{\overset{|}{C}}H-\underset{\underset{C_2H_5}{|}}{C}HC_6H_4OH$$

$$+CH_3I$$

$$I_2+H_2S\longrightarrow 2HI+S$$

2. 操作过程

（1）鹽酸茴香腦的制备

在101鹽酸发生器中，先置食鹽并加少量热水至溶，然后徐徐滴加硫酸，以发生鹽酸气体，經102安全瓶而入103制备瓶中。

在103制备瓶中秤取苯8.8公斤，茴香油2.4公斤。

在104冷却桶中冷至20°C以下，通入氯化氫至增重至12公斤为止。

（2）二甲氧基二苯己烷的制备

在201制备器中放置90°C热水10公斤，开动攪拌并加入鉄粉2公斤，在攪拌下，由202加料器徐徐加入鹽酸茴香腦苯溶液，加入速度以維持迴流为度，同时在制备器外木桶加热水保温，至加毕后，改裝冷凝器以回收苯，回收毕后，尽量提高木桶温度，連續加热2小时后，冷却至50°C左右，再加入回收苯½量至制备器中，冷却后，借真空吸出至204苯分离器中，分离去水，然后將苯液在205蒸发器中去苯，在蒸发完毕时略予以减压以去淨苯液，然后將殘渣傾出在206結晶器中冷却結晶。

在結晶完全后，加入少量丁醇，过濾并再以丁醇洗滌，得白色結晶。在209干燥箱中干燥后熔点137～140°C，收率20%。

（3）二羥二苯己烷的制备

在301硫化氫发生器中加硫酸鈉0.5公斤左右，并水少許溶解之，然后滴加鹽酸或硫酸以发生硫化氫气体，通过安全瓶302而入預先放置碘400克水400克的碘氫酸反应瓶303中，待色泽退淨后，將析出的硫除去，即得50%碘化氫溶液800克。

在304水解反应瓶中加入1.2公斤冰醋酸碘化氫0.8公斤及二甲氧基二苯乙烷0.3～0.38公斤，在150°C油浴上加热，徐徐蒸餾出碘甲烷，当温度上升至106～107°C約蒸出稀醋酸有1.35升左右，时間約2～4小时，稍冷，傾入冰水中析出成品，过濾并水洗干燥得0.27公斤，以99%乙醇重結晶得精制品0.2公斤，收率86%。

3．原材料消耗

名　称	規　格	每公斤肥鷄樂所需消耗公斤数	年耗公斤
鹽酸	19°Bé	16	960
硫酸	66°Bé	25	1500
八角茴香油	含茴香脑80%	12	720
苯	工业	14	840
鐵	66目以上	13	780
丁醇	工业	2	120
冰醋酸	工业	7	420
酒精	工业	3	180
碘	工业	2.2	132
硫化鈉	工业	2.0	120
骨炭	工业	0.3	18

4. 車間人員：

每天操作为一班制，每班2～3人，操作熟練后1～2人即可。

5. 安全問題：

（1）虽然本車間产量很小，但在操作中經常接触到一些易燃品，如苯、酒精、醋酸，需經常注意防火。

（2）生产过程中，鹽酸气及硫酸氣均为毒害性气体，苯也会使人中毒，必需注意經常保持車間內良好通风。

Ⅲ　水、电、汽供应及厂房要求

1. 水主要用于冷却，水温愈低愈好，用水量极微。

2. 电主要用于真空泵及攪拌用电动机，安装容量1.5馬力。

3. 汽主要用于蒸餾及反应，用汽量极小。

4. 厂房要求。

車間約需面积36平方公尺，由于在整个生产过程中，經常接触苯、乙醇及醋酸等易燃物品，而且必須与明火隔离，但由于操作量較少，厂房結構不一定采用一、二級。

布置上应將水解部分用明火操作与其他工序隔离以策安全，并保持有良好通风环境。

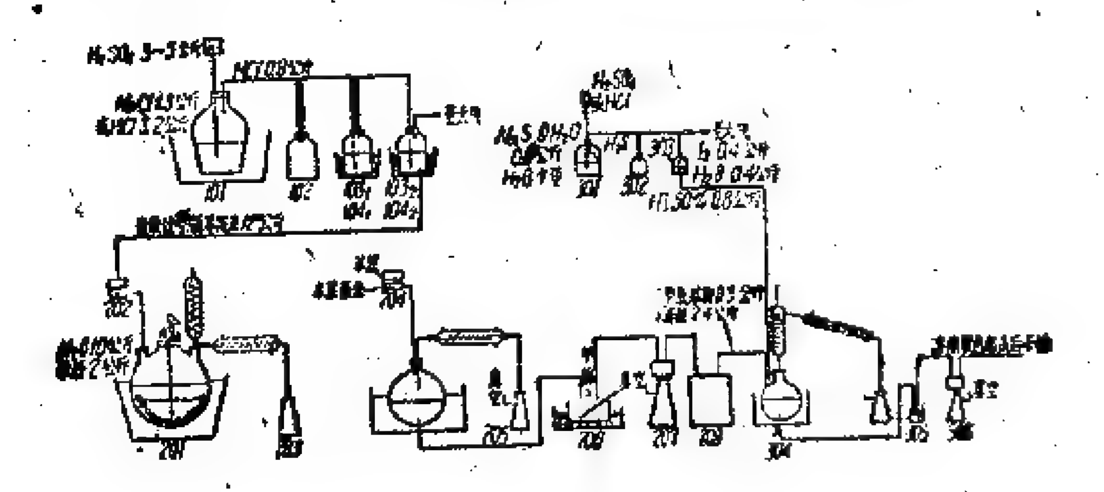
IV 設备表

編号	名称	材料	数量	規格	用途	备注
101	鹽酸发生器	陶瓷	1	普通硫酸用罐子 25 升容量上附 5升，玻璃龙头瓶作加料用	发生鹽酸气用	若用鹽酸来发生鹽酸气时需在器外加一加热用木桶
102	安全瓶	玻璃	1	φ250 9升容量平底瓶		
103	制备瓶	玻璃	2	φ250 9升容量平底瓶	鹽酸茴香脑反应用	
104	冷却桶	木	2	φ500×500×25木桶	加冰块冷却用	
105	小磅秤		1	最大秤重量25公斤	秤苯液用	
201	二甲氧基制备器	陶瓷	1	50升容量三口瓷罐附铜丝制錨式搅拌250轉/分上口附銅制水銀封气器及玻璃蛇形冷凝器	制备二甲氧基二苯乙烷用	錨式攪拌的 Herahberg 式封气器即实验室用同形式
202	加料器	玻璃	1	5升容量双口龙头瓶		
203	受器	玻璃	1	9升容量平底瓶		或其他任何形式受器
204	分离器	玻璃	1	10升容量双口龙头瓶		
205	蒸发器	玻璃	1	10升容量圆底燒瓶附加热用木桶及冷却器与受器	回收苯用	
206	結晶器			2升容量敞口，外附木桶冷却用	二甲氧基二苯乙烷結晶用	
207	过濾器			φ250布氏过濾器		
208	真空泵			1馬力油浸式	吸濾及抽料用	供全車間使用
209	干燥箱			500×500×500 双层鉄皮制蒸汽加热箱式干燥器	干燥半制品及成品用	
301	硫化氢发生器			9升容量平底瓶附加 1升分液漏斗加料用	发生硫化氢用	
302	安全瓶			2升平底瓶		
303	碘氢酸反应瓶			2升平底瓶	制取碘氢酸	
304	水解瓶			5升圓底燒瓶附鉄皮油浴玻璃9刺分餾柱冷凝器及受器附本生灯或酒精灯	去甲氧基用	
305	結晶器			1升玻璃燒杯	成品結晶用	
306	过濾器			φ250 布氏过濾器	成品过濾用	

V　投資估算及生产成本

1. 投資設备部分約 1000 元，土建部分 1440 元。

2. 生产成本按上海科发藥厂工厂成本計算为 416 元/公斤。



肥鵝藥設計流程图

VI. 資料来源：上海化工医藥設計院

从棉花叶中土法提取檸檬酸車間設計

I　概述

檸檬酸广泛应用于食品工业，医藥工业及塑料工业中，过去大部分从檸檬果实中提取，但不能满足需要，絕大部分尚須依賴国外进口，我国現在虽然有以淺盤发酵法来生产檸檬酸，但由于需要无菌操作，产量不易保証，最近开始研究深层发酵，但技术水平与設备要求都很严格，且投資費用大，目前只能适用于大中城市。

最近食品研究所学习苏联經驗試驗成功，从棉花叶中提取檸檬酸，操作簡便，投資費用少，且原料又系农村中的廢料，适合于农村合作社作为副业生产。

本設計系年产量为5吨的檸檬酸，考虑到农村中的具体情况，本設計中只做到制备檸檬酸鈣粗品，然而集中送到藥厂中进行提純，本設計資料尚不够成熟，仍須在生产过程中繼續摸索得出結論，如能在全国各地普遍推广則可为国家創造大量財富，同时又可能解决目前大量檸檬酸从国外进口。

II　生产方法

(一)原料处理

由于农村棉叶采摘时間比較集中，一次全部提取，势必需要大量設备。为充分利用設备，减低投資費，拟將棉叶分批提取，但由于新鮮棉叶含水量較高，久藏易发霉，因此，必須將摘下的棉叶先行晒干后置于暗室，以便隨时取用。

(二)浸取

取新鮮棉叶65公斤或晒干的棉叶43公斤，用鍘刀鍘成長闊10毫米左右的碎叶，放入1000升的陶瓷缸中，加入115公斤的硫酸，并

加水330公斤（如用干棉叶时则加水量为350公斤）浸泡約30小时，浸泡中不断用木棒攪拌10～15次，每次半小时浸泡后用竹筐將棉叶撈出。

（三）中和过濾

將石灰1.3公斤加水2.7公斤配成乳液后，加至浸泡液中用木棒攪拌半小时並用石蕊試紙檢查溶液，酸度控制在 pH 6.8～7，然后將溶液掏出，放至布袋中过濾。初濾下之濾液比較混濁，須倒回再濾，直至濾液澄清为止，濾液放至压濾机中压干，濾液放至貯缸中。

（四）加热过濾及成品干燥

自貯缸中將上述过濾液掏出放至搪瓷桶中用直接火加热煮沸后保温半小时，乘热用布袋过濾。濾渣放至压濾机中压干。濾渣即为粗檸檬酸鈣，晒干后送至藥厂加工即得檸檬酸。

Ⅲ 建厂条件：

（一）本厂可以就地取材，因地制宜对厂房无特殊要求，因此可以由住宅或其他房屋改裝或搭一个遮风雨的草棚也可，要求面积144平方公尺。

（二）本厂基建时間只必半天至一天即可完成，且不需要瓦工、木工等，又不須动力設备，反应設备全部为陶瓷缸或木材可当地供应，投資費用少，操作容易控制。工作人員只須經过一、二天的学习就可掌握生产过程，每日分三班操作，每班二人。

Ⅳ 技术經济指标

（一）投資費用年产量5吨的檸檬酸，估計投資費为1500元。

（二）原材料消耗定额　以一斤檸檬酸計

名称	規格	用量
棉花叶	晒干	33.8公斤
硫酸	工业用，比重1.8	0.87公斤
石灰	工业品	1公斤
水		260公斤

(三)产品成本估計約为 2 元左右。

V 設备表

序号	設备名称	規　格	数量
(一)	鍘　刀	可利用农村中原有鍘草設备	2～4
(二)	浸取缸	陶瓷缸容积1000升，木桶也可	25
(三)	过濾袋	可利用麵粉袋	100
(四)	压濾机	木制、人工压濾，附草图	2
(五)	搪瓷桶	容积50升，可現購	10
(六)	貯　缸	陶瓷缸容积1000升，木桶也可	4
(七)	竹　筐	可利用农村中养蚕竹筐	4
(八)	煤球爐	內徑 ø200	10

VI 图紙

(一)流程图

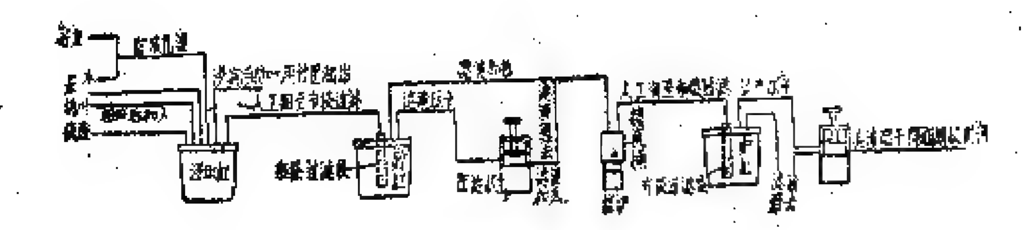
(二)布置图

(三)設备草图

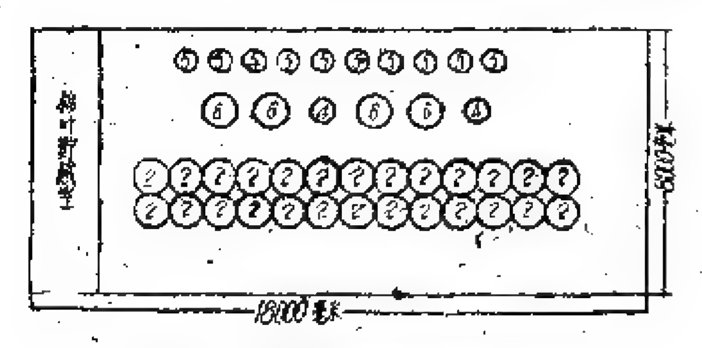
VII 操作注意事項:

原料硫酸及石灰都具腐蝕性，操作时应注意，勿使其与皮肤接触，配石灰乳时更須注意，防止石灰飞入眼睛中，最好操作时帶上眼鏡及橡皮手套。

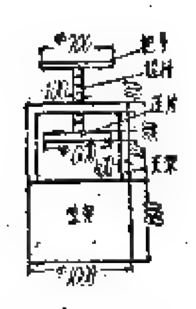
VIII 資料來源: 上海化工医藥設計院



棉花叶中提取檸檬酸生产流程图



棉花叶中提取檸檬酸平面布置图



木制压滤机

年产50吨土法甘草膏設計

(一)产品：含膏88%甘草浸膏，规格符合中华人民共和國藥典规定。

(二)产量：150公斤/天（50吨/年）

主要原料用量

甘草	570公斤/天
水	5000公斤/天
土碱	3公斤/天
煤	3500公斤/天（或其他当地廉价燃料）

(三)主要設备：

畜力石碾	一台	
浸取鍋	可容10担水的大鉄鍋	8只
蒸发鍋	可容10担水的大鉄鍋	4只
熬膏鍋	可容三担半水的小鉄鍋	1只
陶瓷缸	可容10担水的水缸	4只

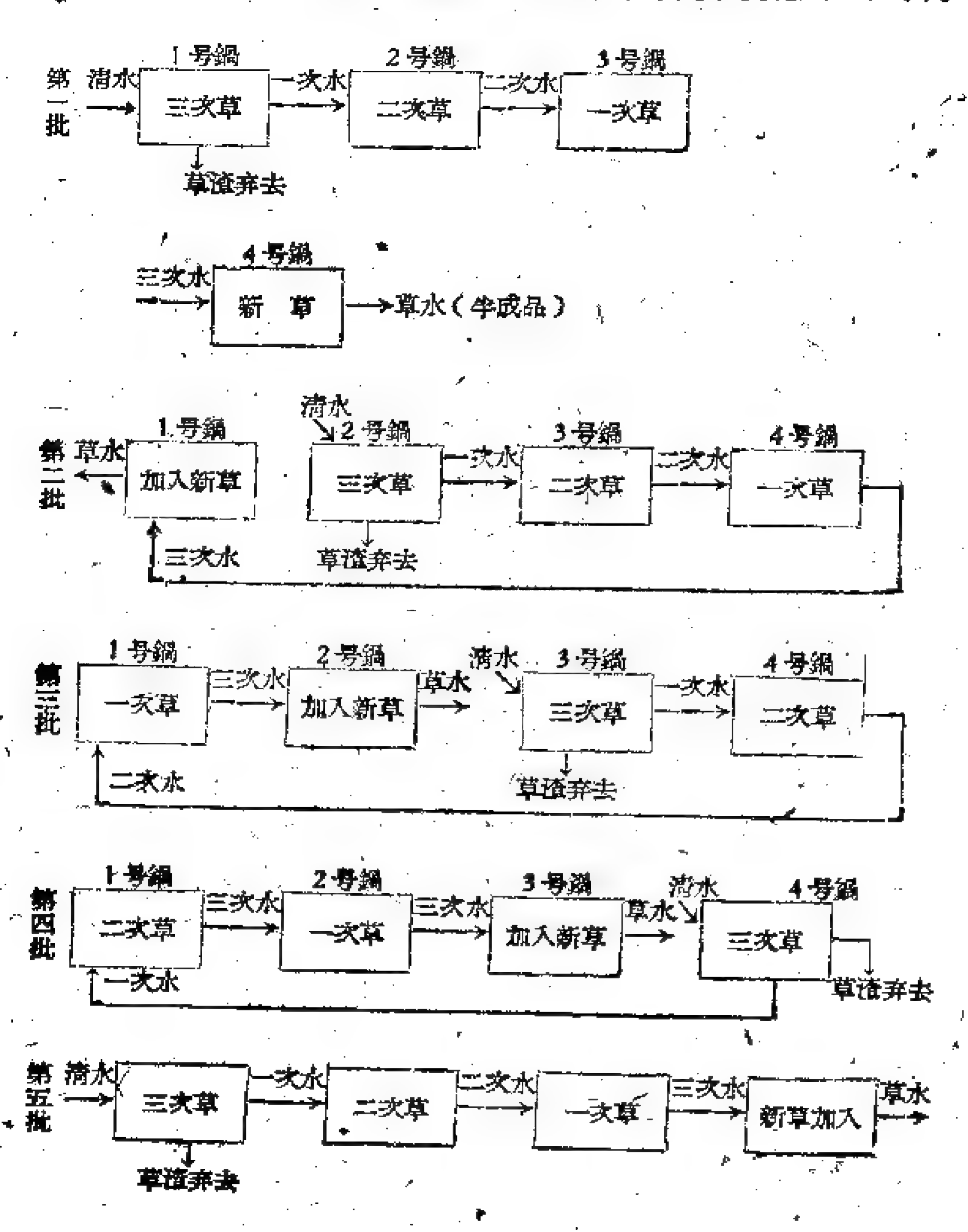
爐灶可配合各鍋大小就地取材，用土坯磚砌筑即可。

(四)操作說明：

1. 浸取及研草

首先將干的甘草放在石碾上研裂，然后加入浸取鍋中，加水保溫在煮沸狀态下浸取，浸取用大鍋八个，对每鍋配料需用水360公斤，土碱0.2公斤，草45公斤，煮沸保溫4小时后，稍稍放冷，以勺將水移入下一鍋，如是每次新草浸取四次，得稀甘草水540公斤（含量約4.46%）移入陶缸澄清，并用竹籮內襯布过濾后送至蒸熬鍋，草渣以水洗滌。洗水可供下批加料作清水用。草渣晒干后可作柴燒。草水

四次循环浸取法下如（每二个鍋为一个單位，每批草浸泡 16 小时）。



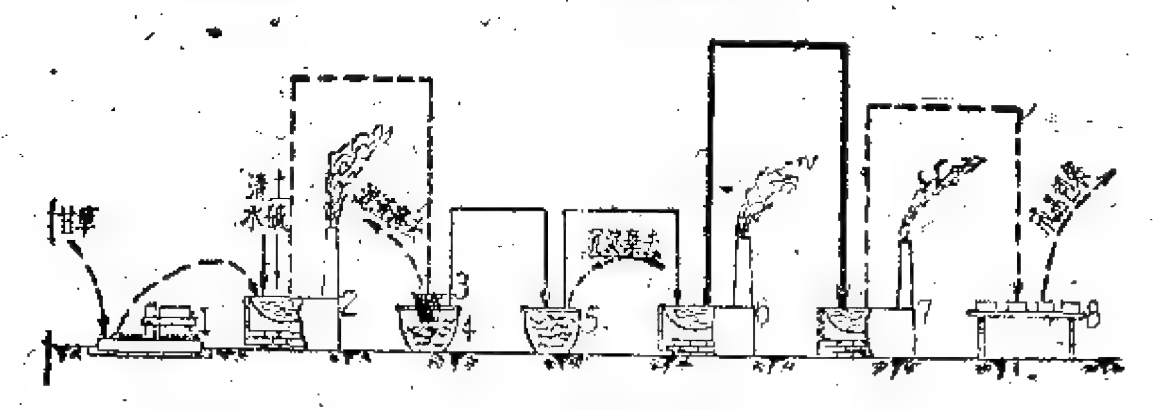
(五)蒸发熬膏

將浸草水放入大鉄鍋中（共4只）以直火蒸发，至蒸发濃度达20～21°Bé(含量50%左右)卽可轉入小鉄鍋内，用小火蒸熬，不斷攪拌，幷应掌握火候以免焦化（在蒸熬过程中应不斷清除泡沫，以免溶液溢出）至濃度达88%时（已成半固体）幷能拉出光亮長絲，卽可取出至成型台上，人工分裝入木模中，每块1公斤，自然冷却結硬后卽可包裝。

(六)用途：供医藥及醬油、卷烟、糖果等之調味用。

(七)副产物：草渣可作燃料或造紙原料，在产碱地区可做草碱（可参閱化工部发土法彙編医藥部分）

(八)投資估計3500元左右（不包括房屋）



(九)資料来源：上海化工医藥設計院

脱脂棉及脱脂紗布工厂設計书

Ⅰ　产品方案及生产規模：

本設計是根据广大农村发展医疗卫生事业的需要而进行設計的。設計的工厂考虑生产脱脂棉及脱脂紗布两种产品，可供市場零售及直接供应医疗卫生机構。产品都不經消毒，医疗單位在使用前应自行加以消毒。

因为考虑在农村建厂，所以主要原料棉花和紗布都是以农村加工厂中买来的。如果条件許可，也可以自己增加彈花工序。

一、設計工厂的生产能力：

1．脱脂棉　　　每天生产　　50公斤

2．脱脂紗布　　每天生产　　30公斤

二、产品規格：

应符合"藥品标准規格暫行規定"（詳見后面）；或經当地卫生机关檢查合格即可。

Ⅱ　原料規格要求：

一、主要原料：

1．棉花：用比較次的棉花，其中白花（3～7級）60%，黃花（10級棉花）40%。

2．紗布：用21支号紗織成，每一平方公分中的經緯紗数，应不少于12根。

二、輔助化学原料：

1．碳酸鈉：一般工业上应用的，含量98%。

2．生石灰：一般工业上应用的。

3．工业肥皂：普通洗衣肥皂即可。

4．漂白粉：含有效氯30%。

5．水：最好是比較軟的水，如当地水硬，可以加少量的磷酸鈉（Na_3PO_4）和太古油。

6．燃料：可用农村的一般燃料，煤或木材都可以。

Ⅲ 生产1公斤脫脂棉（或脫脂紗布）需要原料數量：

一、生棉（或紗布）	1.25公斤
二、碳酸鈉	0.09公斤
三、生石灰	0.06公斤
四、工业肥皂	0.008公斤
五、漂白粉	0.01公斤

Ⅳ 生产方法：

一、原料处理：从彈花厂买来的卷棉，用人工鋪开，拍打除去灰尘和檢去少量的草棒、棉籽壳，然后鋪迭成一定大小的形狀，堆迭成扎，用白布条扎好，送去脫脂。

紗布的处理方法相同。

二、脫脂崗位：

1．在空的脫脂鍋中加入前鍋苛化后的洗石灰脚的水245公斤，用火加热到50°C左右，慢慢加入35公斤碳酸鈉，燒沸使碳酸鈉溶解。

2．另外在一个桶中，預先放入21公斤生石灰，把上面燒沸的溶液用瓢放入桶中（在桶上面要加一个蓋子，免得石灰遇水时濺出伤人）。等石灰完全化开后，再用木棒攪十分鐘左右，再讓它自然沉淀，澄清后上部清液（它的含碱濃度在10.5～11%）即可作脫脂应用的液体燒碱。

3．沉淀下来的石灰脚用前鍋濾下来的水攪和，再洗清。洗清工作是在一个缸中进行的。此缸底部开一小洞，下鋪石灰石質的小石块（大如小蚕豆）約3吋，上面再鋪石灰石質砂子（大如芝麻）2吋厚，再在上面蓋一密眼的薄鉄皮或鉄絲網使其平伏，再把上面

苛化完后沉淀下来的石灰漿（碳酸鈣）放入，进行过濾，濾干后加清水再濾，一直到濾出的水无比重度分为止(可以用比重計量)。再把上面的东西压干后弃去，濾出的水就是用来下一鍋溶解碳酸鈉或洗石灰脚。

4．配脫脂溶液：把上面做好的液体燒碱（10.5%濃度），約230公斤放入脫脂鍋中，再加水345公斤，工业肥皂0.2公斤，配成4%碱液（以比重計量約5～6°Bé），当心碱液不要沾到眼睛內（此配料仅供25公斤棉花脫脂）。

5．脫脂：把扎好的棉花或紗布，整齐的放在竹筐中（如果放得很乱，就在脫完脂后不容易拿出，而且有时会使紗布，棉花燒焦）放入脫脂鍋中，用火直接燒沸，大約須5～6小时，然后將竹筐吊起，讓脫脂液流尽，再送去水洗。

6．在脫脂加热的时候，要用石头或木棒把棉花紗布压住，最初棉花放入脫脂液时，要讓它慢慢沉下。

三、水洗崗位：

把脫脂好的棉花或紗布，从竹筐中拿出，放入水缸中浸洗（此缸下部有一小洞，可以使污水流出）洗到出来的水沒有黃色为止，再送去漂白。

四、漂白崗位（供25公斤棉花漂白的用量）：

1．配漂白溶液：在水罐中加1公斤漂白粉和50公斤的水攪勻。

2．漂白：把洗好的棉花或紗布，浸入漂白溶液的缸中6小时，然后再送去水洗，漂白罐不要放在太阳光下。

五、水洗崗位：用大量清水洗去棉花、紗布中的漂白液。如果可能的話，最好先用少量的硫酸液洗，然后再用水洗。

六、挤水崗位：把水洗好的棉花送到压榨机中，把水挤出。

七、烘干崗位：

1．在晴天就利用太阳光晒干。

2. 在雨天放到烘房中烘，烘房是一間小的房間中放些木架，木架上放竹竿，棉花和紗布就晾在竹竿上，房內可以生几个小炭盤或小煤爐。小炭盤或煤爐等紅了再拿进烘房，房子的四壁下部开几个6寸左右的方洞，洞上放一竹筐子，房子的屋頂正中放一风筒，这样可以空气流通容易干燥了。

八、包裝摑位：

烘干后的棉花、紗布經过檢査合格后，就可以包裝，包裝式样可以根据市上需要分为25克，100克，500克的重量。

V 厂房建筑：

1. 生产厂房为6公尺×12公尺＝72平方公尺面积（見布置图）。如果农村有大小差不多的旧房子也可以利用。

2. 脫脂鍋爐灶的爐口放在屋外，在此处可搭一小棚，这样一方面可以燒火，一方面可以放燃料。

3. 爐灶高度不要超过1.2公尺，否則操作起来要搭梯子。

4. 脫脂鍋上面屋梁上最好放一个滑輪，可以用来吊棉花、紗布的竹筐。

Ⅵ 設备表

編号	設备名称	数量	材料	規格型式	容量	用途	来源	备注
1 1～3	溶解純碱鍋兼脫脂鍋	3	生鉄	半圓形口徑 ϕ1～1.5米	0.85立方公尺	純碱溶解及棉花脫脂	購买	即煮飯用之大鍋
2	苛化桶	1	鉄皮	直立圓筒形	0.2 立方公尺	使純碱苛化	購	即廢柴油桶
3	过濾缸	1	陶瓷	直立圓形	1 立方公尺	分离 $CaCO_3$ 中包含的NaOH液	購	即七石缸
4	$CaCO_3$脚的洗水貯缸	1	陶瓷	直立圓形	1 立方公尺	貯存$CaCO_3$洗脚水	購	即大水缸
5 1～2	漂白缸	2	陶瓷	直立圓形	1.5立方公尺	漂白棉花及紗布	購	即大水缸
6 1～2	洗滌缸	2	陶瓷	直立圓形	1.5立方公尺	洗去脫脂液用及洗去漂白液用	購	
7	压水机	1	木	杠杆式		压去水分	購	豆腐店用的压水机
8	清理台	1	木	木板（或木槽）与木凳拼成		清理棉花，紗布	自制	

*：此表中的設备可根据建厂地区供应情况改变， 如陶瓷的没有就用木桶。其大小也可根据需要，略加修改。

Ⅶ、投資估算：

一、厂房

厂房共 72 平方公尺，每平方公尺 30 元　　共計 2160 元

二、設备

序号	設备名称	每个設备价值(元)	設备数量	总价(元)
1	脱脂鍋	50	3	150
2	苛化桶	30	1	30
3	过濾缸	30	1	30
4	洗液貯缸	30	1	30
5	漂白缸	45	2	90
6	洗滌缸	46	2	90
7	压水机	80	1	80
8	清理台	30	1	30
9	总計			530

三、工具：

工具包括操作用，鉄勺子、盆、水桶繩子、小型滑輪、竹框、比重計及其他。　　　　100元

四、总投資数：

包括厂房，設备，工具等三項投資　　　　2790元

1. 市上銷售价格：

脱脂棉　　　　3 元 2 角 1 公斤

脱脂紗布：　　8 元 1 公斤

2. 脱脂棉規格标准：

①酸碱度　取脱脂棉 15 克，加蒸餾水 150 毫升，使完全浸透用玻璃棒絞压濾过，分取濾液 25毫升二份，一份中加酚酞指示液 3～5 滴，另一份中加甲橙指示液 2～3 滴均不得显粉紅色。

②易氧化物——取上項剩余的濾液10毫升，加稀硫酸数滴与0.1%高錳酸鉀3滴，5分鐘內，紅色不得完全消褪。

③水份——取脫脂棉2克精密称定，用100～105°C干燥至得恒量，減失重量不得超过8%。

④熾灼殘渣——取脫脂棉2克，加稀硫酸湿潤后，熾灼使碳份完全燃去，遺留殘渣不得过0.5%。

⑤吸水力——取脫脂棉0.5后縮成一团，投置在約25°C的水面上10分鐘內应吸遂水分下沉。

3．脫脂紗布規格标准

①經緯数——在整块紗布中，任选三处檢查，每一平方公分中的經紗和緯紗数，各不得少于12根。

②酸度——取紗布10克置燒杯中加热蒸餾水200毫升置于沸水浴上10分鐘，放冷濾过，紗布用玻璃棒絞压吸收的水份擠出，取濾液50毫升加酚酞指示液数滴，应仍无色液，加$N/10$氫氧化鈉液至显紅色，消費$N/10$氫氧化鈉液不得过0.1毫升。

③碱度——取2項剩余的濾液50毫升加甲基橙指示液1滴，用$N/10$鹽酸滴定至显紅色，消費$N/10$鹽酸液不得超过0.1毫升。

④易氧化物——取2項剩余的濾液10毫升，加稀硫酸数滴和0.1%高錳酸鉀液3滴，在1分鐘內紅色不得完全消失。

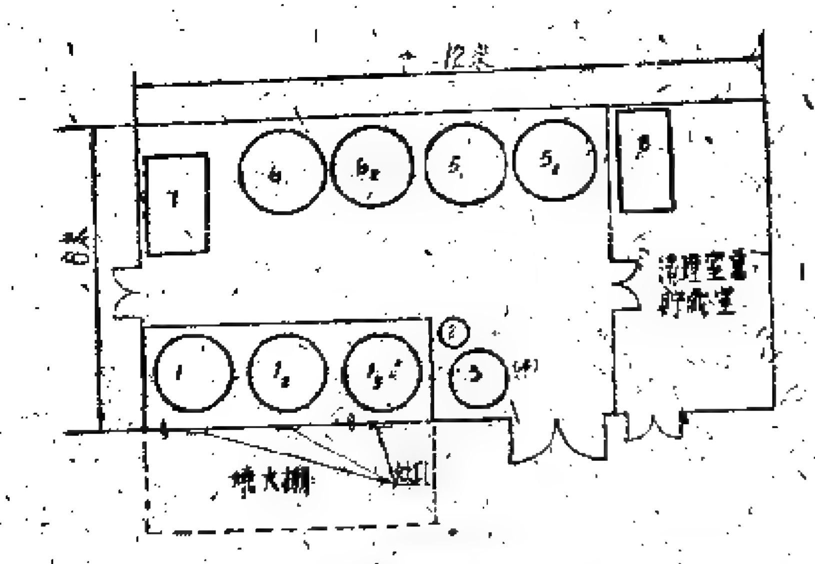
⑤水份——取紗布約1克精密称定，置烘箱內，用100～105°C干燥至得恒量，減失重量不得过8%。

⑥淀粉——取2項剩余的濾液100毫升，加$N/10$碘液1滴，应显淡黃色，或綠色，不得显藍色。

⑦熾灼殘渣——不得过0.3%。

⑧吸水力——剪取紗布一块大小为5×5公分，用小鑷子夾持紗布的中央，輕輕放置溫度20°C的蒸餾水上面（容器的大小，应以紗布四周不觸容器內壁为度）应于10秒鐘內吸水沉下。

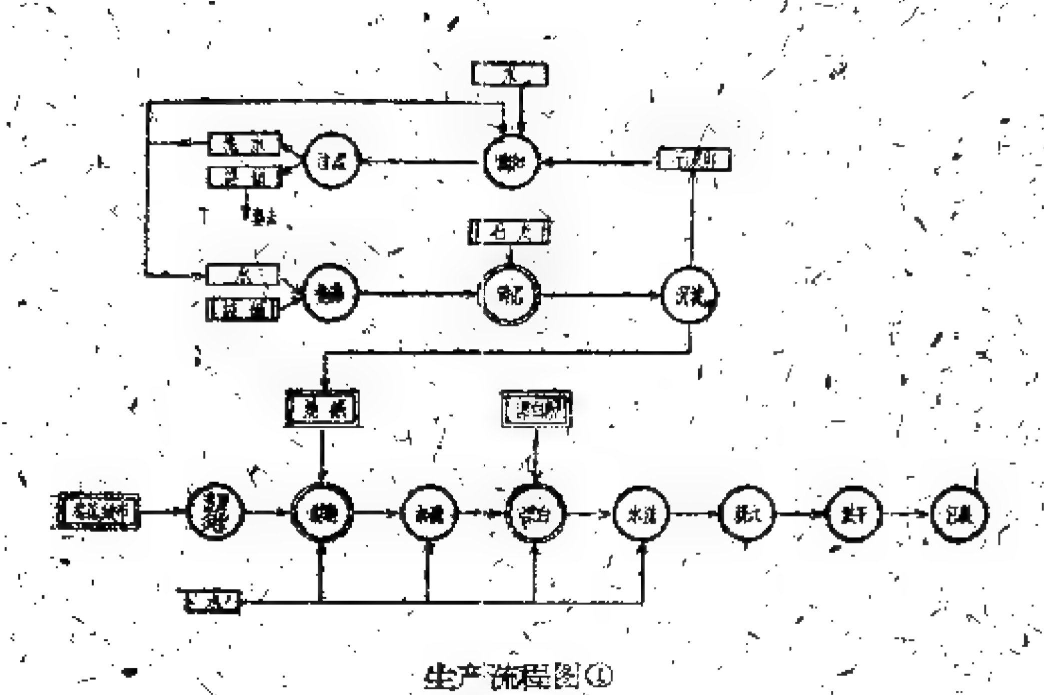
Ⅷ　資源来料：上海化工医藥設計院



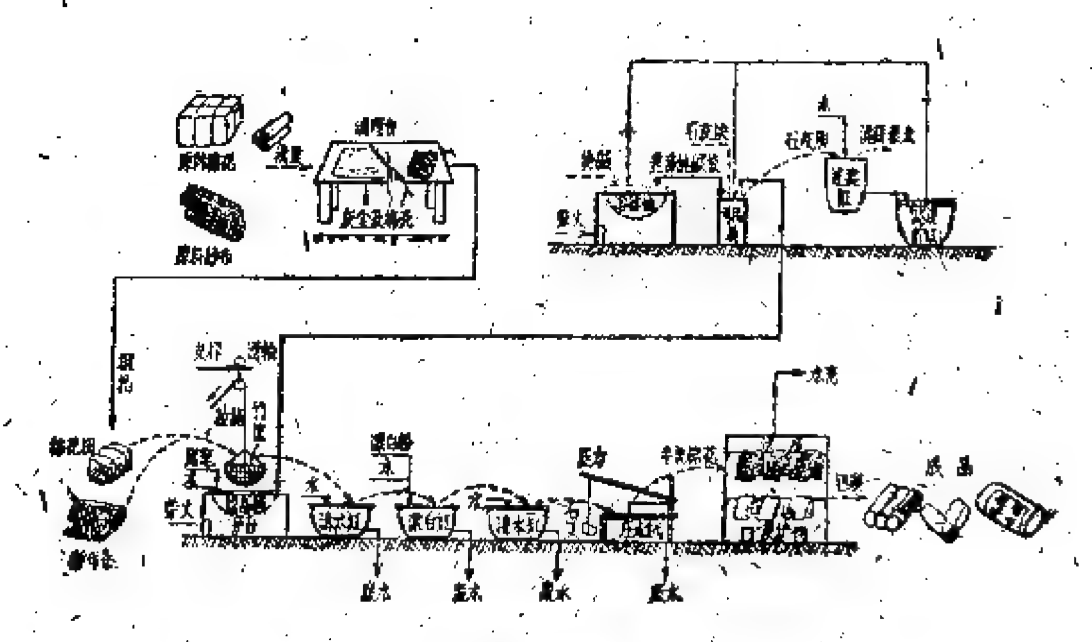
生产车间布置图

1_1,1_2,1_3.蒸炖碱锅兼脱脂锅　2.苛性钠　3.过滤缸　4.贮液缸

5_1,5_2.漂白缸　6_1,6_2.洗涤缸　7.压水机　8.清理台



生产流程图①



生产流程图②

簡易胆汁酸制剂厂規划設計

一、緒言

1. 产品名称、用途及目的：

（1）名称：胆汁酸，去氧胆汁酸，猪胆酸(Cholic Acid) (Desoxycholic Acid)

（2）用途：胆汁酸經过氧化，結晶后可得去氫胆汁酸(Dehydrocholic Acid)，后者为利胆藥，并用于胆囊外科手术及X光胆囊摄影上。去氧胆汁酸可作利胆及消化藥，并可供作合成腎上腺皮質激素(Cortisone)之中間原料，其可展落金屬鹽用作生物試剂。

猪胆酸可供制藥工业中制造激素如黃体酮等之原料。

牛羊胆汁浸膏中主要成分亦为胆汁酸类，目前我国新疆外貿局組織出口，故生产此类产品尙可爭取外汇。

（3）目的：利用各地屠宰場或屠宰戶廢弃之牛羊猪胆，經过簡易加工后，制成粗制胆酸类，供給制藥工业作为原料，由于鮮胆不易貯存或長途运輸，經过加工，使成为不易变質之中間品，并使体积大大縮小，便于运輸至大城市制成藥。如此既可供应主要之制藥原料，又可使廢物得到充分利用，增加农牧民收入。

2. 原料来源：

牛羊胆汁中含6～7％之固体，其中之40％以上为胆汁酸，成为胆汁酸及去氧胆汁酸之氨基酸化合物存在，猪胆汁中則含有猪胆酸，經过水解后可制得上列各胆酸。猪牛羊为主要肉食家畜，在北方內蒙及新疆等地，牛羊之屠宰量大，胆汁之供应充沛，南方則猪胆較多，故均可就地取得原料。

3. 适用范圍：

本品可用較簡單之設备生产。人工操作，所用設备均为易于購置之器皿，厂房可用旧房屋或搭建木棚竹棚使用，估計投資在350元左右，适宜于小型城鎮或屠宰牲口較集中的地方組織生产。

二、生产規模，原料及成品規格

1. 生产規模：

适合中小城鎮就地加工为主，規模为每批操作量胆汁10升。

2. 原料：

新鮮牛羊胆汁（或猪胆汁）10升

氫氧化鈉（換算作固体工业用）1.1公斤

氯化鎂（工业用）　0.4公斤（生产猪胆酸不用）

鹽　酸（350%工业用）　2.9公斤

酒　精　少量

3. 其他材料及燃料：

食　鹽	3.5公斤
石　灰	約10公斤
剛果紅試剂	1小瓶
广範pH試紙	1卷
木炭或煤	作燃料用，无特殊要求

4. 成品：

甲　以牛羊胆为原料

胆汁酸	粗制品	* 200公分
去氧胆汁酸	白色至淡黄色固体，粗制品	* 20公分

乙　以猪胆为原料

猪胆酸	粗制品	200公分

注：*得量系按上海正[illegible]药厂之得量計，仅为理論得量之五分之二，故水解完全尚有提高可能。

三、生产流程及操作說明

1. 生产流程見附图

2. 操作說明

甲 胆汁酸及去氧胆汁酸之生产：

于有蓋鉄鍋中將新鮮牛羊胆汁10升，加其重量10%之氫氧化鈉（約1公斤，固碱溶化后或取液碱均可）調节至pH值为11，然后用直接火燒煮于104°C水解10～20小时。

水解时有泡沫上升，可加入少許酒精消沫，并控制火温，使不致溢出。随时加以攪动，并用分液漏斗不断滴入清水，使維持一定液量，并不使降低鍋內温度。水解完毕，傾入木桶，冷却至室温并加入1:1之鹽酸酸化至pH值为3～3.5，以使剛果紅变色为度。此时胆汁酸及去氧胆汁酸即析出，可將析出之渣狀物用竹濾勺取出，放入另行配就之飽和食鹽水木桶中。放置一晝夜，故体即变脆硬块狀。取出用水冲洗；得深灰色固体狀粗制胆汁酸混合物，其中含有胆汁酸及去氧胆汁酸，可任其自然干燥或放入石灰吸湿之密閉容器或甕內干燥。

將粗制混合胆汁酸于石臼中研碎，加入600毫升之10%NaOH溶液中，仍在鉄鍋內加熱至70～80°C，調节至pH为8～8.5，然后加入40%之氯化鎂溶液，其加入量約为600毫升，繼續加熱至100°C，維持1小时，稍冷却至90°C左右，即倒入布袋內过濾，濾液再加入300毫升之氯化鎂溶液。如再有沉淀析出，亦在布袋內过濾。兩次之沉淀以水冲洗，得白色至淡黃色固体。在表面玻璃中放置砂浴上烘干，砂浴温度以100°C左右为度，如此即得去氧胆汁酸之成品。

上述由布袋內濾出之濾液用1:1之鹽酸調解至pH为3，胆汁酸即行析出，可用布袋过濾，并以水冲洗，然后放入石灰箱或甕內干燥，得粗制胆汁酸。

乙 猪胆酸之生产：

其操作方法同甲項混合胆汁酸之生产，但水解时間需25小时，

水解后用鹽酸酸化析出后之固体物于石灰箱中干燥即得粗制猪胆酸，可供藥厂加工精制后作原料。

四、設备、厂房及投資估算

1. 設备表

序号	名称	用途	数量	价格
1	容量20升鉄鍋連木蓋	胆汁水解用	1	10.00元
2	500毫升玻璃分液漏斗連木架	添加水入鉄鍋	1	5.00元
3	磚灶	配合鉄鍋用	1	30.00元
4	30公分搪瓷桶	配製碱及氯化鎂用	3	48.00元
5	5000毫升搪瓷量杯	量酸碱度用	1	2.00元
6	木桶容量20升	加酸及盛濾液，盥水	2	6.00元
7	竹濾勺	舀取析出之胆酸用	1	0.50元
8	布袋	过濾用	1	1.00元
9	石灰箱或罎(以能放置20公斤石灰大小为度)	干燥用	1	3.00元
10	石臼連杵	磨碎粗制品用	1	3.00元
11	15公分表面玻璃一块	烘干去氯胆酸用	1	1.00元
12	平底鉄鍋	作砂浴用	1	5.00元
13	竹勺	取溶液用	1	0.50元
14	0～150°C水銀温度計	測量温度	1	1.00元
15	小秤	称取原料用	1	1.00元
		共計		117.0元

2. 厂房

約需20～25平方公尺之操作場所，可利用旧房屋或搭建竹棚木棚使用。

3. 投資估算

設备共計　117 元

厂　棚　20 平方公尺，每平方公尺以 12 元計，共 240 元（如用旧房，此項可省去）

全部投資总計 357 元

五、其他

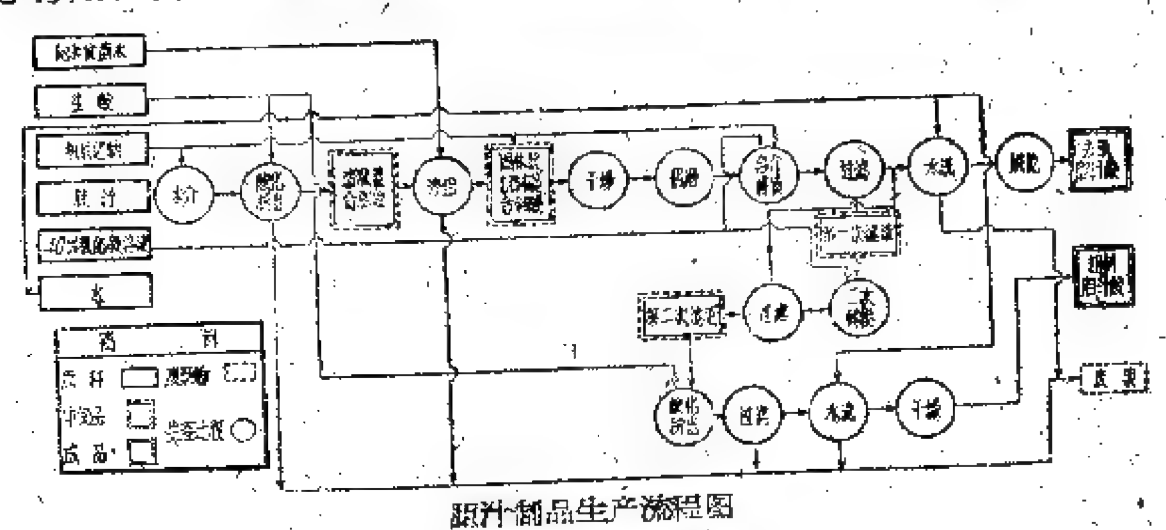
1．人　員　全部操作只需 2 人

2．經济价值：

去氧胆汁酸精制品之价格为每 10 公分 17 元，胆汁酸精制品之价格为每 10 公分 49 元，現粗制品之价格按精制品之三分之一計，每批生产产品价值四十余元，其所耗原料仅几元。如能提高得量則产品价值还可提高。

六、附注：

本生产資料系由上海医藥工业研究所制剂研究室及正德藥厂取得。目前正德藥厂生产用牛羊胆系向内蒙等地收購胆膏使用。如各地能普遍自行加工后，既可于新鮮胆汁中制取成品，避免腐坏变質減低含量之損失，又可免去熬煎成膏再行使用时又需溶解等繁复手續，且所需設备極为簡單，如此可使廢弃之胆囊充分利用，变廢物为有用，并可供应藥厂原料，值得有条件生产地区推广組織生产。



胆汁制品生产流程图

七、資料來源：上海医藥工业設計院

用猪碎皮做明膠

Ⅰ、性狀:

白色絲狀或粉狀有吸濕性的固体，能溶于水。

Ⅱ、用途:

培养細菌，照相乳膠、医藥原料等。

Ⅲ、原料:

豬碎皮，奶头等。
石灰　　未經受潮者。
鹽酸　　工业用規格。
双氧水　3%溶液。

Ⅳ、設备:

陶瓷缸　　鉄鍋（附龙头开关）　　搪瓷桶
噴霧干燥器

Ⅴ、生产方法:

1. 將100市斤碎皮放于缸中，加入5市斤石灰及水，混合浸漬，大約在8～10天，每天进行攪拌一次。

2. 約經10天处理，然后將皮撈出放在清水缸中漂洗。

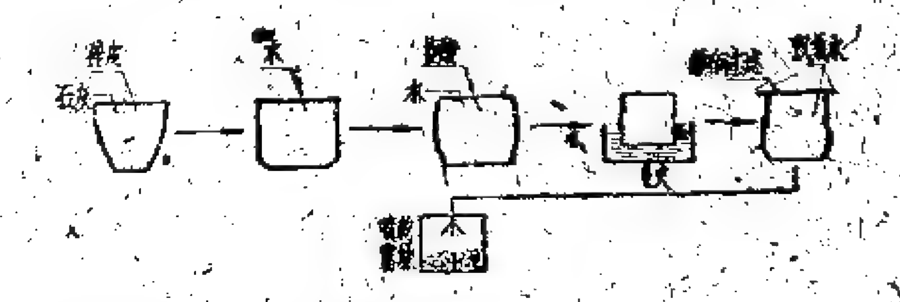
3. 將洗淨的皮放在清水中，并加少量鹽酸(約3%)浸一夜。

4. 將用鹽酸浸过的皮撈出放在隔水鍋內蒸煮，大約經过八个

小时的时間，即成糊狀，这样把鍋下的龙头开启，膠汁自动放出，然后用紗布过濾，放在搪瓷桶內，并加入少量的双氧水（約每100斤加入100毫升）。

5. 膠汁温度在60°C左右，不凝固时，就用噴霧干燥办法进行干操，烘房温度掌握在200°C，高压泵压力1400～1800磅，用三只噴霧头，噴出即成棉花狀明膠。

VI、生产流程图：



七、資料來源：上海冻肉加工厂

土法提取畜用維生素乙$_{12}$

（一）緒言：

維生素乙$_{12}$是一种治疗恶性貧血的有效藥品，在飼料中加入微量維生素乙$_{12}$，还能促进小猪和小鷄等动物的生長。过去几年来完全依靠进口，价格比黃金要貴5～6百倍。在总路綫的光輝照耀下，天津康宁藥厂发揮了敢想敢做的精神，已經成功的掌握了从廢弃的下水道污泥中提出符合于藥典規格的維生素乙$_{12}$。为了进一步降低成本，使維生素乙$_{12}$能够推广到各地农村中去飼养小猪或小鷄，特地介紹一种簡便的維生素乙$_{12}$溶液的制取方法，將所取得的乙$_{12}$溶液調在麸皮中喂小猪，可以促进小猪的迅速生長。

（二）設备：

① 水缸四只。

② 过濾用帆布袋及細布袋各一只。

③ 竹制或木制过濾板四块（形如蒸籠底）。

④ 对剖竹筒二根。

⑤ 木棒二根。

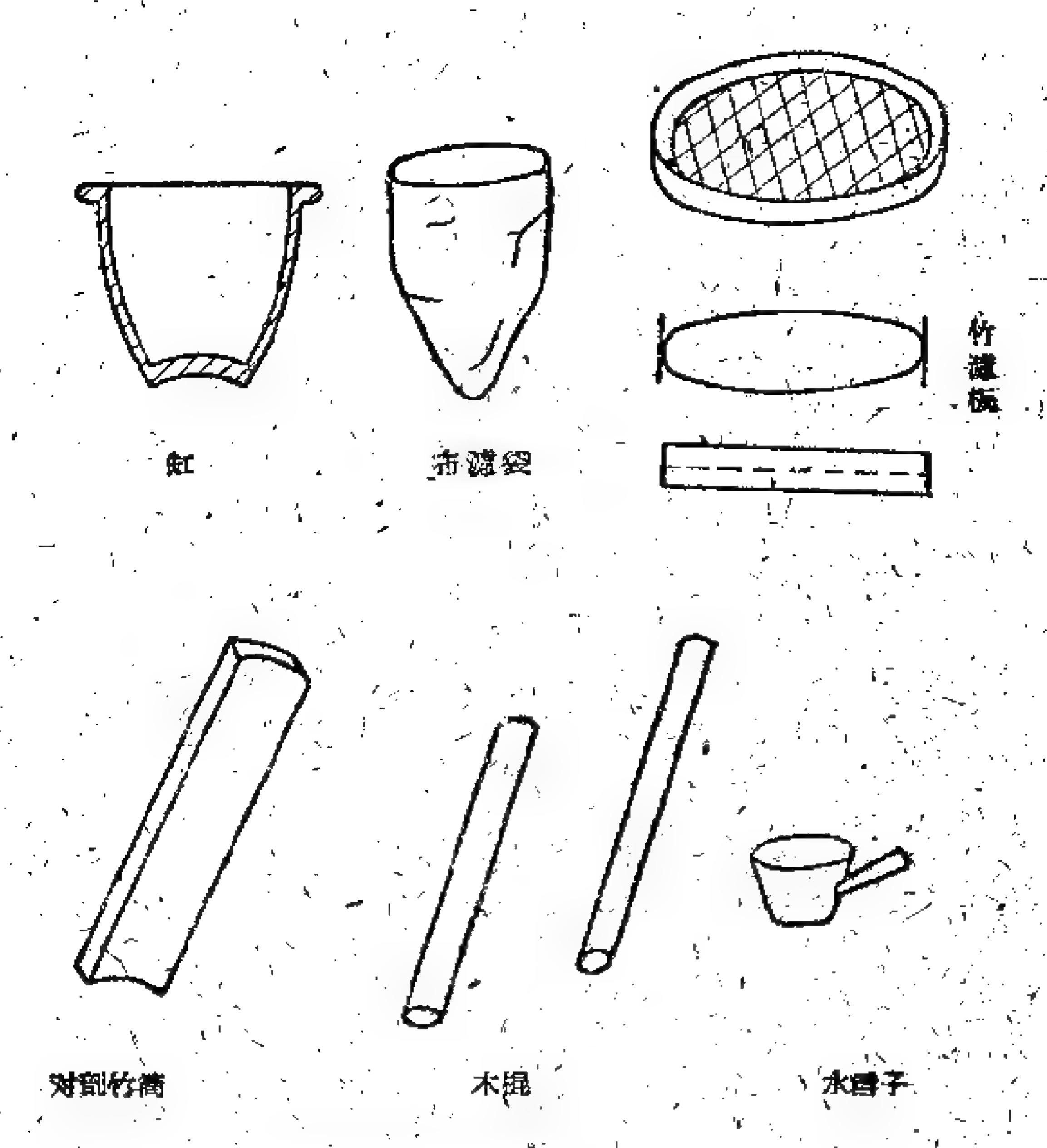
⑥ 水舀子一根。

（三）投資金額：

主要設备为大水缸，估算每只价10元，共40元，其余皆为竹木制品及布袋等，价均甚廉。

（四）产品成本估算（不包括工資）：

每吨污泥約产乙$_{12}$液100升，消耗活性白土50公斤，此外无其他原材料，水則井水河水均可应用，故不列入成本估算中。活性白土一般产用靑島产者为佳，每公斤售价3角7分，此外杭州余杭仇



山矿亦产活性白土，售价与青島貨同。

每 100 升維生素乙$_{12}$ 溶液＝0.37×50＝18.50元

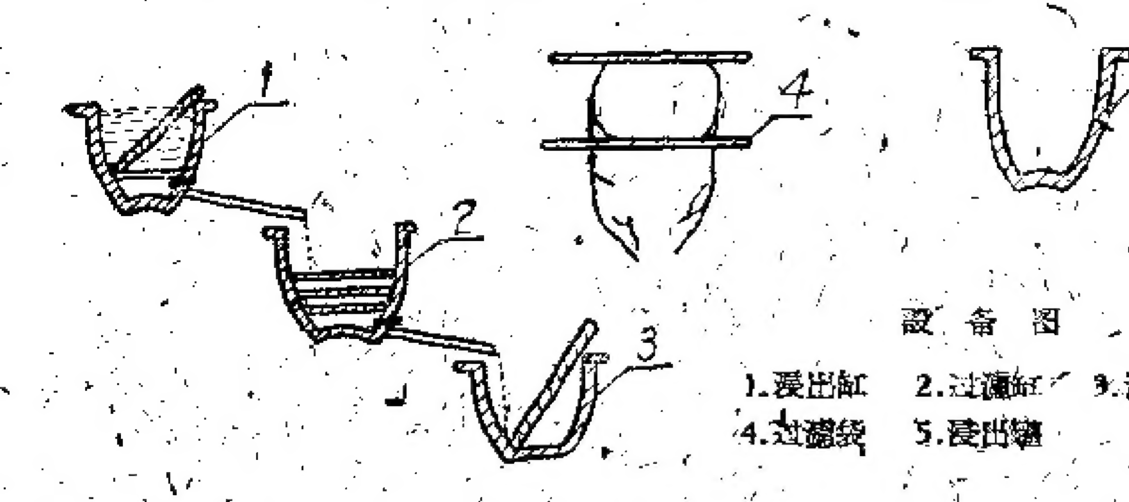
每 1 升維生素乙$_{12}$ 溶液＝0.185元

每毫克維生素乙$_{12}$ 耗用活性白土＝0.1 公斤＝0.037 元

（五）操作人数：

二人。

（六）操作流程簡图：



設 备 图

1.浸出缸 2.过濾缸 3.沉澱缸
4.过濾袋 5.浸出罐

(七)設备說明:

① 浸出缸(甲)——取一个大水缸，底部凿一孔，配上塞子，缸內靠近底部放一个形如蒸籠底之竹圈或木圈作为过濾板，上鋪一层蔴袋布，周圍縫隙以蔴袋布鋪密，以防操作时大量泥砂漏过；另备木棒一根作攪拌用。

② 过濾缸——取一个大水缸，底部凿一孔，在缸的下半部分放置三个竹制或木制的过濾板，板上各复以帆布一层，周圍縫隙以帆布鋪密以防泥砂漏过。

浸出缸及过濾缸之間用半爿竹筒連接起来作为輸送过濾液之管道。連接方法：將竹管之一端紧湊在浸出缸底部的洞口下面，另一端擱于过濾缸口上。

③ 沉淀缸——取一个大水缸，內置攪拌用木棒一根，过濾缸及沉淀缸之間亦用半爿竹筒連接起来，作为輸送濾液之管道。

④ 过濾袋——制取同样大小的帆布袋及細布袋各一个，將細布袋襯在帆布袋里面，袋口張在一个鉄絲框上，鉄絲框的二边縛在二根木棒上，再將木棒的二端擱置在支架上。

⑤ 浸出罐与浸出缸相同。

(八)操作过程:

取阴溝中污泥晒干至約含水 10～30％（如不晒干則投入量可按照干品估算之）。以此晒干的污泥放入浸織缸中，加入五倍量之水（如系湿泥則酌量少加），用木棒猛力攪拌 10 分鐘，拔出缸底塞子，使缸內液体經过濾板，再經过底孔流出，沿竹管流入过濾缸通过过濾缸內三层帆布过濾后，基本上应將水和泥砂濾清（如液体中仍有多量泥砂存在，应考慮增加濾板或改用較細密之濾布，相反如果不需三层过濾卽可將泥砂濾清，則可酌情減少濾板）。濾液自过濾缸流出經竹管流入沉淀缸，加入百分之一濾液量之活性白土以吸附維生素乙$_{12}$ 攪拌 5 分鐘后，將悬浮液用杓子舀入夾层帆布袋中过濾。过濾后，瀝干后將白土放入浸出缸中，再加入白土 2 倍重量之水（每公斤白土約加水 2 升），猛力攪拌 20 分鐘，用夾层帆布袋过濾，濾液卽为維生素乙$_{12}$ 溶液，放入避光之容器內保存，每吨污泥約得濾液 100 升，濾渣用白土 2 倍量之水再洗滌二次，所得第二次濾液留作下一批洗滌第一次白土之用，第三次濾液留作下一批洗滌第二次濾渣之用。

每吨污泥中約可提得維生素乙$_{12}$ 0.7～0.8克。

1 克＝1000毫克＝1000,000γ（讀如"茄馬"）

大猪每天每头可喂以維生素乙$_{12}$ 50γ

小猪每天每头可喂以維生素乙$_{12}$ 100γ

本品含量：

每升含維生素乙$_{12}$ 約 7000γ

每毫升（卽公撮）含維生素乙$_{12}$ 約 7γ

(九)飼料配制法：

將干燥麸皮浸于維生素乙$_{12}$ 浸出液中，則每克干麸皮約可吸收維生素乙$_{12}$ 浸出液 3.5 毫升，相当于 17.5γ，故大猪每天可喂以 10～20 克湿麸皮，小猪每天可喂以 30～40 克湿麸皮卽可合乎要求。

（注：10克＝0.32市兩＝3 錢）

各地方阴溝污泥中含維生素乙$_{12}$ 量均不同，故应先小量提取喂

猪取得成效后，再行全面推广，以免造成損失。

（注一）含量測定方法，因需特种仪器設备，农村中設备有困难，故不介紹。

（注二）本品不宜見光，見光則容易分解破坏，故无論在提取过程中或成品安放时，必須注意加蓋避光。

（注三）本品于提取过程中，因未加入稳定剂，不宜久置，久置則易分解失效，故只宜于临用前提取。

（十）資料来源：上海化工医藥設計院

上海市印刷五厂印訂